

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS



TESIS DOCTORAL

**Dinámica de vórtices superconductores en potenciales
variables**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR

PRESENTADA POR

Víctor Rollano García

Directoras

Elvira María González Herrera
Alicia Gómez Gutiérrez

Madrid

DINÁMICA DE VÓRTICES SUPERCONDUCTORES EN POTENCIALES VARIABLES



UNIVERSIDAD
COMPLUTENSE
MADRID

Víctor Rollano García

Tesis doctoral 2019

Departamento de Física de Materiales

Facultad de Ciencias Físicas

Dirigida por:

Elvira María González Herrera

Alicia Gómez Gutiérrez



UNIVERSIDAD
COMPLUTENSE
MADRID

**DECLARACIÓN DE AUTORÍA Y ORIGINALIDAD DE LA TESIS
PRESENTADA PARA OBTENER EL TÍTULO DE DOCTOR**

D./Dña. VÍCTOR ROLLANO GARCÍA,
estudiante en el Programa de Doctorado EN FÍSICA,
de la Facultad de CIENCIAS FÍSICAS de la Universidad Complutense de
Madrid, como autor/a de la tesis presentada para la obtención del título de Doctor y
titulada:

DINÁMICA DE VÓRTEICES SUPERCONDUCTORES EN
POTENCIALES VARIABLES

y dirigida por: ELVIRA M. GONZÁLEZ HERRERA
ALICIA GÓMEZ GUTIÉRREZ

DECLARO QUE:

La tesis es una obra original que no infringe los derechos de propiedad intelectual ni los derechos de propiedad industrial u otros, de acuerdo con el ordenamiento jurídico vigente, en particular, la Ley de Propiedad Intelectual (R.D. legislativo 1/1996, de 12 de abril, por el que se aprueba el texto refundido de la Ley de Propiedad Intelectual, modificado por la Ley 2/2019, de 1 de marzo, regularizando, aclarando y armonizando las disposiciones legales vigentes sobre la materia), en particular, las disposiciones referidas al derecho de cita.

Del mismo modo, asumo frente a la Universidad cualquier responsabilidad que pudiera derivarse de la autoría o falta de originalidad del contenido de la tesis presentada de conformidad con el ordenamiento jurídico vigente.

En Madrid, a 04 de NOVIEMBRE de 20 19

Fdo.:

Esta DECLARACIÓN DE AUTORÍA Y ORIGINALIDAD debe ser insertada en
la primera página de la tesis presentada para la obtención del título de Doctor.

ÍNDICE

Índice	i
Resumen	v
Abstract	ix
1. INTRODUCCIÓN	1
1.1. INTRODUCCIÓN A LA SUPERCONDUCTIVIDAD	1
1.1.1. Historia temprana y propiedades superconductoras	1
1.1.2. Teoría de Ginzburg – Landau	4
1.1.3. Teoría BCS	13
1.1.4. Superconductores no convencionales	14
1.2. DINÁMICA DE VÓRTICES SUPERCONDUCTORES	15
1.2.1. Efecto de conmensurabilidad	16
1.2.2. Efecto ratchet superconductor	18
1.3. MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS	20
Bibliografía	22
2. TÉCNICAS EXPERIMENTALES	25
2.1. INTRODUCCIÓN	25
2.2. TÉCNICAS DE FABRICACIÓN	25
2.2.1. Litografía por haz de electrones (EBL)	27
2.2.2. Pulverización catódica de tipo magnetrón (DC <i>sputtering</i>)	29
2.2.3. Litografía óptica	30
2.2.4. Ataque reactivo por haz de iones	33
2.2.5. Ataque húmedo	34
2.3. RECUPERACIÓN, PURIFICACIÓN Y LICUEFACCIÓN DE HELIO	34
2.3.1. Recuperación y almacenamiento de helio	35
2.3.2. Purificación de helio	35
2.3.3. Licuefacción de helio	38
2.4. MEDIDAS DE TRANSPORTE DE BAJA TEMPERATURA	41
2.4.1. Criostato de helio líquido	41
2.4.2. Caracterización de muestras superconductoras por transporte	45
2.4.3. Transferencia de helio a los equipos	46
2.5. CARACTERIZACIÓN MAGNÉTICA	47
2.5.1. SQUID	47
2.5.2. Microscopio de fuerza magnética (MFM)	48
2.5.3. MuMax ³	50

3. INFLUENCIA DEL DESORDEN MAGNÉTICO EN LA DINÁMICA DE VÓRTICES SUPERCONDUCTORES	51
3.1. INTRODUCCIÓN.....	51
3.2. DESCRIPCIÓN DE LA MUESTRA	52
3.2.1. Descripción de la aleación amorfa de NdCo ₅	52
3.3. MEDIDAS DE TRANSPORTE EN EL ESTADO AS - <i>GROWN</i>	55
3.4. MEDIDAS DE TRANSPORTE EN EL ESTADO DE REMANENCIA FUERA DEL PLANO: DESORDEN MAGNÉTICO FRENTE AL ANCLAJE ORDENADO	60
3.5. CONCLUSIONES.....	65
Bibliografía	66
4. EFECTO <i>RATCHET</i> TOPOLÓGICAMENTE PROTEGIDO POR POTENCIAL DE ANCLAJE HEXAGONAL	69
4.1. INTRODUCCIÓN.....	69
4.2. FRUSTRACIÓN MAGNÉTICA EN SISTEMAS DE TIPO <i>SPIN – ICE</i>	69
4.3. FABRICACIÓN DEL SISTEMA HÍBRIDO <i>SPIN – ICE</i> / SUPERCONDUCTOR	74
4.4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	75
4.4.1. Caracterización magnética: protección topológica en el <i>spin – ice</i>	75
4.4.2. Caracterización magnética: simulación micromagnética del <i>spin – ice</i> mediante MuMax ³	78
4.4.3. Medidas de transporte: conmensurabilidad entre la red de vórtices y la red de cargas del <i>spin – ice</i>	79
4.4.4. Medidas de transporte: efecto <i>ratchet</i> en el estado Ice II	83
4.4.5. Medidas de transporte: efecto <i>ratchet</i> en el estado Ice I	87
4.5. CONCLUSIONES.....	92
Bibliografía	93
5. POTENCIAL DE <i>ANTIPINNING</i> CREADO POR NANOESTRUCTURAS SUPERCONDUCTORAS.....	95
5.1. INTRODUCCIÓN.....	95
5.1.1. Mecanismos de <i>antipinning</i>	96
5.2. DESCRIPCIÓN DE LAS MUESTRAS	97
5.3. CONMENURABILIDAD EN POTENCIALES DE <i>ANTIPINNING</i>	99
5.4. CAMBIOS DE FASE DE LA RED DE VÓRTICES EN POTENCIALES DE <i>ANTIPINNING</i>	103
5.5. COMPORTAMIENTO HISTERÉTICO DE LA RED DE VÓRTICES EN PRESENCIA DE NANOESTRUCTURAS SUPERCONDUCTORAS	111
5.6. VARIACIÓN DEL POTENCIAL DE <i>ANTIPINNING</i> CON EL ÁNGULO	114
5.7. CONCLUSIONES.....	118
Bibliografía	119

Conclusiones generales	123
Publicaciones	127

Resumen

Esta tesis estudia los cambios en la dinámica de los vórtices superconductores cuando estos interactúan con potenciales artificiales que pueden ser modificados mediante parámetros externos como el campo magnético aplicado o variaciones en la temperatura del sistema. Estos potenciales, introducidos en el superconductor mediante nanoestructuras fabricadas con diversos materiales magnéticos o superconductores, modifican la dinámica de vórtices de una forma u otra en función del estado en el que se encuentren. Debido a las propiedades de los materiales con los que están fabricadas las nanoestructuras que generan estos potenciales, es posible llevar al potencial del estado inicial (*as – grown*) a otro estado distinto y luego volver al estado inicial. Cada uno de estos estados influye de forma característica en la dinámica de vórtices, siendo posible diferenciarlos mediante medidas de magnetotransporte. Se han estudiado tres tipos de sistemas híbridos, los cuales consisten en películas delgadas superconductoras depositadas sobre las nanoestructuras que generan los potenciales modificables en los que se mueven los vórtices superconductores.

La primera parte de esta memoria está dividida en dos capítulos. El primer capítulo cubre las propiedades superconductoras más relevantes para el estudio de estos sistemas híbridos, centrándose en la teoría fenomenológica de Ginzburg – Landau, de la cual se pueden derivar las propiedades dinámicas de los vórtices superconductores. El segundo capítulo abarca la fabricación y la caracterización de dichos sistemas híbridos, parte fundamental de esta tesis. En la parte de fabricación de este capítulo se describen técnicas como la litografía por haz de electrones (EBL), deposición de materiales magnéticos y superconductores por DC *sputtering*, litografía óptica y ataque reactivo por haz de iones (RIE). La caracterización a baja temperatura de estos sistemas superconductores se realiza en un criostato de flujo de helio con una bobina superconductora de 9 T, alimentado con helio licuado mediante un conjunto de dos equipos ATL160 y un equipo ATP30. Además, las nanoestructuras de estos sistemas híbridos han sido caracterizadas mediante SQUID (*Superconducting Quantum Interference Device*), Microscopía de Fuerza Magnética (MFM) o simulaciones micromagnéticas en MuMax3, técnicas explicadas de forma breve en la última sección del segundo capítulo.

La segunda parte de la memoria, organizada en tres capítulos, se centra en el análisis de los resultados obtenidos. Cada capítulo corresponde a un tipo de sistema híbrido, siendo común a los tres el hecho de que es posible modificar los potenciales generados por las nanoestructuras mediante campos magnéticos o variaciones en la temperatura.

El tercer capítulo corresponde a una muestra que consiste en una lámina superconductora de niobio sobre un *array* de triángulos de NdCo_5 con una periodicidad rectangular. El NdCo_5 es una aleación amorfa de una tierra rara (neodimio) y un metal de transición (cobalto) con anisotropía perpendicular débil y que presenta una estructura de dominios magnéticos organizados en bandas. En estas bandas, con un tamaño del orden de los 75 nm, la imanación está alineada a lo largo de la dirección perpendicular a la muestra, oscilando entre un sentido positivo (hacia arriba) o negativo (hacia abajo). Mientras que en el estado *as – grown* los triángulos presentan una estructura de bandas concéntrica, mediante un campo magnético lo suficientemente intenso, aplicado a lo largo de la dirección

perpendicular al plano de la muestra, es posible desordenar el entramado que conforman estas bandas dentro de los triángulos. Las medidas de magnetotransporte presentan características únicas para cada uno de estos dos estados, haciendo posible diferenciarlos entre sí estudiando la dinámica de vórtices. Se ha estudiado la interacción entre la red de vórtices superconductores y estas estructuras de dominios magnéticos para ambos estados. En el estado *as – grown* se tiene que la red de vórtices adopta la geometría rectangular del *array* de triángulos, dando lugar a efectos de conmensurabilidad en las medidas de magnetotransporte. En este estado *as – grown*, la estructura concéntrica de las bandas en los triángulos conserva el orden estructural del *array*. En cambio, en el estado de remanencia fuera del plano, el desorden magnético que presenta la estructura de bandas en el interior de los triángulos fuerza la desaparición de estos efectos de conmensurabilidad. Es desorden magnético se impone al orden estructural introducido por los triángulos. Esta pérdida de conmensurabilidad ocurre cuando el tamaño del vórtice, el cual desciende con la temperatura, es lo suficientemente pequeño como para interactuar con los dominios magnéticos individuales, sondando el desorden magnético en los triángulos. En este sistema híbrido siempre es posible volver del estado de remanencia fuera del plano al estado *as – grown*, elevando la temperatura hasta temperatura ambiente.

En el cuarto capítulo se ha estudiado un sistema híbrido que consiste en una lámina superconductora de niobio sobre sistema pseudo *spin – ice*. El *spin – ice* consiste en barras nanométricas de cobalto conectadas entre sí en los vértices, formando un panal de abeja (*honeycomb*). La imanación de las barras está en el plano debido a la anisotropía de forma. Únicamente en los vértices, donde coinciden los tres momentos magnéticos de las barras que lo forman, el campo de fugas se alinea a lo largo de la dirección perpendicular al plano de la muestra. En función del número de momentos magnéticos que entren o salgan, el campo de fugas de un vértice tendrá un sentido positivo (hacia arriba) o negativo (hacia abajo), dando lugar a *cargas magnéticas* de signos contrarios cuya distribución puede ser ordenada o desordenada en función de la dirección del campo magnético aplicado en el plano para imanar la muestra. Estas cargas magnéticas presentan una estructura micromagnética asimétrica debido a que están formadas por dos paredes de Néel cargadas. En este capítulo se estudiarán los efectos de conmensurabilidad en función del estado de la red de cargas magnéticas en el *spin – ice*. En el estado ordenado de las cargas magnéticas se observan efectos de conmensurabilidad en las medidas de magnetotransporte, debido a que la red de vórtices adopta la geometría triangular de la red de cargas. En cambio, en el estado desordenado de la red de cargas magnéticas los efectos de conmensurabilidad desaparecen. La asimetría local que presentan las cargas magnéticas del *spin – ice* hacen de este sistema híbrido un escenario ideal para el estudio de los efectos de rectificación en vórtices superconductores en ausencia del efecto de conmensurabilidad.

Por último, el quinto capítulo trata sobre un sistema que consiste en una lámina superconductora, en este caso de vanadio, que cubre un *array* cuadrado de triángulos mesoscópicos superconductores fabricados con niobio. Es importante destacar que los triángulos de Niobio presentan una temperatura crítica más alta que la lámina de vanadio en la que se mueven los vórtices. Por tanto, las zonas de la lámina que se encuentran sobre los triángulos son zonas de repulsión para los vórtices superconductores, dando lugar a un potencial de *antipinning* que altera en gran medida la dinámica de los vórtices superconductores. Además, cuando la temperatura es lo suficientemente baja, el carácter mesoscópico de los triángulos de niobio pasa a jugar un papel relevante en la física del

sistema. A través de las barreras de Bean – Livingston, las cuales controlan la entrada y salida de los vórtices en los triángulos de niobio, a parecen efectos de histéresis en la dinámica de vórtices superconductores, los cuales tienen su origen en el flujo atrapado por estas barreras dentro de los triángulos. Se verá que es posible modificar el potencial de *antipinning* variando el ángulo entre campo aplicado y la dirección perpendicular al plano de la muestra en las medidas de magnetotransporte, llegando a incluso a convertirlo en un potencial de anclaje.

Abstract

This thesis is dedicated to study the changes in the superconducting vortex dynamics in artificial potentials that can be modified by certain external parameters such as the magnetic field or the temperature. These potentials, introduced in the superconductor by artificial nanostructures, modify the vortex dynamics in a way that depends on the state in which they are set. Due to the properties of the materials of which the nanostructures are fabricated, it is possible to bring the potential from the initial state to a different one and then return it to the initial state. Each of these states has a characteristic influence on the superconducting vortex dynamics, being possible to differentiate them by means of magnetotransport measures. Three types of hybrid systems have been studied, consisting of superconducting thin films deposited on top of the nanostructures that generate the variable potentials in which superconducting vortices move.

The first part of this text consists in two chapters. The first chapter covers the most relevant superconducting properties in order to study these hybrid systems, especially the phenomenological theory of Ginzburg – Landau, from which the dynamic properties of superconducting vortices derive. The second chapter covers the fabrication of such hybrid systems, an essential part of this thesis, using techniques such as electron beam lithography (EBL), deposition of magnetic materials and superconductors by DC sputtering, optical lithography and reactive attack by ion beam (RIE). The second chapter also explains the process of low-temperature characterization of these superconducting systems in a helium flow cryostat with a 9 T superconducting magnet. The liquid helium needed for the magnetotransport characterization at low temperatures has been liquified by a set of two ATL160 liquefactors and a ATP30 purifier. In addition, the nanostructures of these hybrid systems have been characterized by SQUID (Superconducting Quantum Interference Device), Magnetic Force Microscopy (MFM) or micromagnetic simulations in MuMax3, techniques briefly explained in the last section of the second chapter.

The second part of the text is organized in three chapters and it focuses on the analysis of the results obtained in the magnetotransport measurements for each sample. Each chapter corresponds to a type of hybrid system, being the common feature the fact that it is possible to modify the potentials generated by the nanostructures by magnetic fields or variations in temperature.

The third chapter consists of a sample consisting on a superconducting niobium thin film sputtered on an array of NdCo_5 triangles organized in a rectangular lattice. The NdCo_5 is an amorphous alloy of a rare earth (neodymium) and a transition metal (cobalt) with a weak perpendicular magnetic anisotropy (wPMA) in which the magnetic domains are organized in bands. In these bands, with a size of 75 nm, the magnetization is aligned along the direction perpendicular to the sample, oscillating between a positive (upward) or negative (downward) sense. While in the as – grown state the triangles have a concentric band structure, it is possible to disorder the band structure within the triangles by using a sufficiently high magnetic field applied along the direction perpendicular to the sample. Magnetotransport measurements have unique features for each of these two states, making it possible to differentiate between them by studying the vortex dynamics. The interaction between the superconducting vortex lattice and these magnetic domains for both states has been studied. In

the as – grown state, the vortex lattice adopts the rectangular geometry of the array, giving place to commensurability effects in the magnetotransport measurements. At this state, concentric structure of the magnetic bands in the triangles maintains the structural order introduced by the array. At the out of plane remanence state the magnetic bands disorder inside the triangles forces the disappearance of these commensurability effects. This loss of commensurability happens when the size of the vortex, which decreases with temperature, is small enough to interact with the individual magnetic domains, sensing the magnetic disorder in the triangles. It is always possible to return from out of plane remanence state to the as – grown state by raising the temperature to room temperature.

In the fourth chapter a hybrid system that consists on a superconducting niobium film on top of a pseudo spin – ice system has been studied. The spin – ice is an array of nanometric cobalt bars connected to each other at the vertices, establishing a honeycomb lattice. The reduced thickness of the bars ensure that the bars magnetization remains in plan, due to the shape anisotropy. Only at the vertices, where the three magnetic moments concur, the stray field is along the direction perpendicular to the sample. Depending on the number of magnetic moments entering or exiting, this perpendicular stray field will have a positive (upward) or negative (downward) sense, resulting in magnetic charges with opposite signs. The magnetic charges distribution can be ordered or disordered depending on the direction of the in – plane magnetic field applied to the sample. Since they are formed by two charged Néel walls, these magnetic charges have an asymmetrical micromagnetic structure. First, the changes in the commensurability effects due to the changes in the magnetic charges lattices in the spin – ice have been studied. In the magnetic charges ordered state, the magnetotransport measurements show clear commensurability effects, with the superconducting vortex lattice adopting the triangular periodicity of the magnetic charges arrangement. In contrast, at the disordered state of the magnetic charges lattice the commensurability effects disappear. Therefore, due to the local asymmetry of the magnetic loads of spin – ice, this hybrid sample is an ideal system for the study of the rectification effects on superconducting vortices in the absence of the commensurability effect.

Finally, the fifth chapter focus on a system that consists in a superconducting thin film, in this case made of vanadium, which covers a square array of superconducting mesoscopic triangles made of niobium. Importantly, the niobium triangles have a higher critical temperature than the vanadium thin film in which the vortices move. Therefore, vanadium areas above the triangles are repulsion centers for the superconducting vortices, resulting in antipinning potential that alters the superconducting vortex dynamics. In addition, when the temperature is low enough, the mesoscopic character of the niobium triangles becomes relevant, playing an important role in the physics of the system through the barriers of Bean – Livingston. This lead to an hysteretic behavior in the vortex dynamics, which has its origin in the flow trapped by these barriers within the triangles. It will be shown that it is possible to modify the antipinning potential by changing the angle between the magnetic field applied during the magnetotransport measurements and the direction perpendicular to the sample. Increasing this angle further than a critical value turns the antipinning potential to a pinning one.

1

INTRODUCCIÓN

1.1 INTRODUCCIÓN A LA SUPERCONDUCTIVIDAD

La superconductividad es un estado cuántico macroscópico que presentan algunos materiales por debajo de cierta temperatura crítica en el cual la resistividad cae abruptamente a cero y los campos magnéticos son expulsados del interior del material.

1.1.1 Historia temprana y propiedades de los superconductores

Cuando ciertos metales y aleaciones como el Mercurio (Hg), el Plomo (Pb), el Niobio (Nb) o el Vanadio (V), son enfriados hasta temperaturas criogénicas, entran en una fase en la cual no presentan resistencia al paso de la corriente eléctrica. Este estado de resistencia cero se denomina estado superconductor. La transición al estado superconductor, que ocurre de manera abrupta a cierta temperatura, fue observada por primera vez por Heike Kamerlingh Onnes en la Universidad de Leiden en 1911¹, tres años después de que él mismo consiguiese licuar el helio por primera vez. La figura 1.1 muestra la transición del Mercurio (Hg) al estado superconductor medida por H. K. Onnes. La temperatura a la cual ocurre la transición superconductora es característica de cada material y se denomina temperatura crítica (T_c). En el caso del Hg, esta transición ocurre a una temperatura de 4.2 K. En metales y aleaciones la T_c varía entre 1 K y 200 K, dependiendo del material.

El estado superconductor también se caracteriza por la expulsión del flujo magnético del interior del material, lo que se conoce como efecto Meissner. Esto ocurre independientemente de si el material se enfría hasta el estado superconductor en presencia de un campo magnético externo o si el campo magnético se aplica después de la transición al estado superconductor, como ilustra la figura 1.2. Ese efecto fue descubierto por Walther Meissner y Robert Ochsenfeld en 1933². El hecho de que el

material presente una resistencia nula no es condición suficiente para definir el estado superconductor; también es condición necesaria que el material presente efecto Meissner, ya que son dos propiedades independientes entre sí.

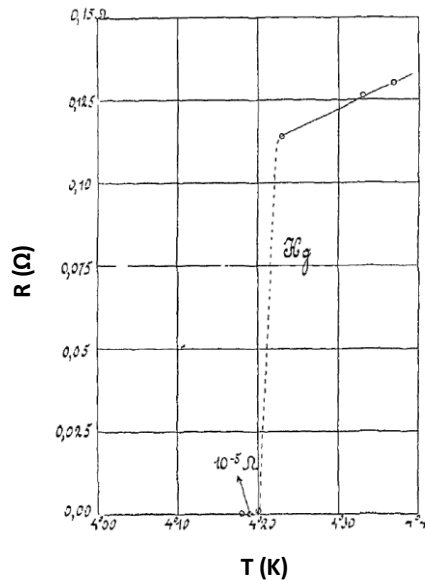


FIGURA 1.1 Transición superconductor medida por H. K. Onnes en Hg a una temperatura de 4.2 K en 1911. El eje horizontal representa la temperatura en K. El eje vertical representa la resistencia en Ω . Figura adaptada de la referencia [1].

En 1935 los hermanos Fritz y Heinz London explican el Eefecto Meissner³ mediante la primera teoría fenomenológica de la superconductividad. En esta teoría, el estado superconductor se describe a partir de estas dos ecuaciones que relacionan *supercorrientes* (\vec{J}_s) presentes en el material con los campos eléctrico y magnético:

$$\frac{d\vec{J}_s}{dt} = \frac{e^{*2}n_s}{m^*} \vec{E}$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{J}_s = -\frac{e^2n_s}{m^*c} \vec{B}$$

Debido a la falta de una teoría microscópica de la superconductividad, se supuso que las *supercorrientes* eran *electrones superconductores*, de carga e^* y masa m^* , en movimiento, siendo n_s la densidad de *electrones superconductores* en el material. La primera ecuación da cuenta de la conductividad perfecta (resistividad nula), sustituyendo a la ley de Ohm ($\vec{J} = \sigma \vec{E}$) en el estado superconductor. La consecuencia directa de esta ecuación es que es posible la existencia de corrientes (corrientes estacionarias) sin la presencia de un campo eléctrico (sin disipación).

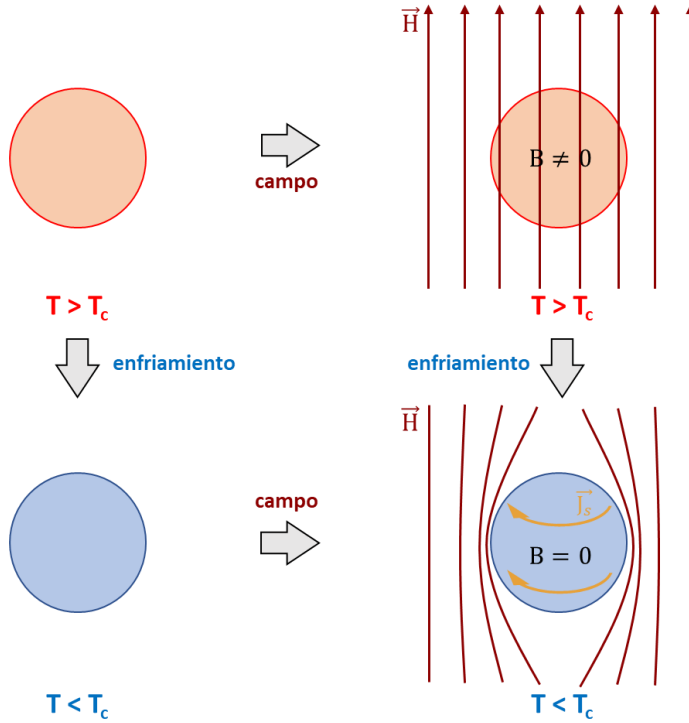


FIGURA 1.2 Esquema que ilustra el funcionamiento del efecto Meissner. Al transitar el material al estado superconductor es capaz de expulsar campos magnéticos, tanto si ya estaban presentes antes de la transición como si fueron aplicados después de la transición.

La segunda ecuación, combinada con la Ley de Ampere ($\vec{\nabla} \times \vec{B} = \frac{4\pi}{c} \vec{J}_s$) y la Ley de Gauss para el campo magnético ($\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0$), da lugar a la ecuación:

$$\nabla^2 \vec{B} = \frac{1}{\lambda_L^2} \vec{B}$$

Esta ecuación implica un decaimiento exponencial del campo magnético a lo largo de una distancia λ_L desde la superficie hacia el interior del material, siendo λ_L la longitud de penetración de London:

$$\lambda_L = \sqrt{\frac{m^* c^2}{4\pi n_s (e^*)^2}}$$

En otras palabras, en el estado superconductor el material se comporta como un diamagnético perfecto de susceptibilidad $\chi = -1$, expulsando el campo magnético de su interior, siempre y cuando dicho campo no exceda un valor crítico H_c (campo crítico). Esto se debe a la aparición de *supercorrientes* de superficie que generan un campo de igual intensidad y signo contrario (signo negativo en la segunda ecuación de London) al del campo externo aplicado, cancelando el campo dentro del material. Así, en el interior del superconductor, el campo magnético es cero. Cuando el

campo magnético aplicado excede el valor H_c , el material transita abruptamente al estado normal, como se muestra en la figura 1.3(A).

El mismo año en el que los hermanos London publican su teoría fenomenológica, se encuentran ciertas aleaciones de Pb con Bismuto (Bi) o Talio (Tl) que, pese a seguir en el estado superconductor, no cumplen el efecto Meissner para todo campo entre 0 y el valor de campo necesario para transitar al estado normal (H_c)⁴. Como se muestra en la figura 1.3(B), entre ciertos valores de campo H_{c1} y H_{c2} , la respuesta diamagnética se desvía del efecto Meissner, penetrando el campo magnético en su interior, hasta abandonar el estado superconductor en H_{c2} . Estos nuevos superconductores presentan dos campos críticos, lo que significa que existen dos tipos de superconductores distintos que responden de forma diferente ante los campos magnéticos. Actualmente, los superconductores con un único campo crítico (H_c) son conocidos como superconductores Tipo I, mientras que los que presentan dos campos críticos (H_{c1} y H_{c2}) son conocidos como superconductores Tipo II.

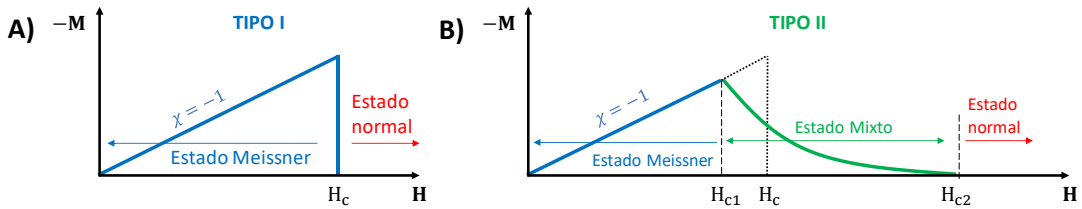


FIGURA 1.3 Magnetización \vec{M} en función del campo aplicado \vec{H} para: **A)** un superconductor Tipo I, que presenta estado Meissner (azul) y un campo crítico H_c por encima del cual está el estado normal (rojo); **B)** un superconductor Tipo II que presenta estado Meissner (azul) por debajo del primer campo crítico H_{c1} , estado mixto (verde) cuando entre H_{c1} y el segundo campo crítico H_{c2} , y el estado normal (rojo) por encima de H_{c2} .

1.1.2 Teoría de Ginzburg – Landau

En 1950, Vitaly L. Ginzburg y Lev. D. Landau publican una teoría fenomenológica basada en el hecho de que, en ausencia de un campo magnético, la transición superconductor es de segundo orden⁵. Por ello, es posible aplicar la teoría de transiciones de fase desarrollada años antes por Landau⁶, en la que se asigna un parámetro de orden el cual es nulo en la fase desordenada ($T > T_c$) y distinto de cero en la fase ordenada ($T < T_c$). Las transiciones de segundo orden son transiciones continuas en las que el parámetro de orden varía de forma suave de cero por encima de la transición a su valor máximo por debajo de la transición. Por ejemplo, en una transición ferromagnética el parámetro de orden es el campo vectorial de la imanación \vec{M} . En su nueva teoría, Ginzburg y Landau definen como parámetro de orden la densidad de *electrones superconductores* n_s . A partir de éste se define una función escalar $\psi(r) = \psi_0(r) e^{i\varphi(r)}$, una función de onda cuántica macroscópica cuyo módulo cumple la relación $|\psi|^2 = n_s$, y con una fase $\varphi(r)$. Esta función de onda se anula por encima de la transición superconductor; es decir, el estado desordenado. En la transición, cuando $T = T_c$, la diferencia en la energía libre por unidad de volumen entre el estado normal y el estado superconductor $f_s - f_n$ es muy próxima a cero, por lo que es posible hacer un desarrollo en serie de potencias en función del parámetro de orden:

$$f_s = f_n + \alpha|\psi|^2 + \beta|\psi|^4 + \frac{1}{2m^*} \left| \left(\nabla + \frac{ie^*}{c} \vec{A} \right) \psi \right|^2 + \frac{\hbar^2}{8\pi}$$

donde f_s es la densidad de energía libre en el estado superconductor, f_n es la densidad de energía libre en el estado normal en ausencia de campo, siendo α y β son dos parámetros fenomenológicos de la teoría. En ausencia de campo magnético ($\vec{A} = 0$) tiene que cumplirse que la energía libre del estado superconductor sea menor que la energía libre del estado normal, por lo que:

$$\alpha|\psi|^2 + \beta|\psi|^4 < 0$$

En equilibrio termodinámico tiene que cumplirse la condición de que el sistema esté en un mínimo de la energía libre, por lo que $\partial(f_s - f_n)/\partial|\psi|^2 = 0$ y $\partial^2(f_s - f_n)/\partial^2|\psi|^2 > 0$. Además, por encima de la transición se tiene que cumplir que $|\psi|^2 = 0$. Con todo esto, lejos de la superficie del superconductor ($r \rightarrow \infty$) donde el valor de n_s es máximo, se tiene que:

$$|\psi_\infty|^2 = -\frac{\alpha}{\beta}$$

con $\alpha(T) < 0$ y $\beta(T) \approx \beta_c > 0$. En este caso, la diferencia $f_s - f_n$ tendría un valor mínimo para $|\psi|^2 \neq 0$, cómo se muestra en la curva azul de la figura 1.4(A) con dos puntos azules. En cambio, si el parámetro $\alpha(T)$ es positivo, se tiene que $f_s - f_n > 0$ para cualquier valor posible de ψ , cómo se ilustra en la curva roja de la figura 1.4(A). En este caso, la condición de equilibrio se alcanza para $|\psi|^2 = 0$ y por tanto no hay transición superconductora. En la figura 1.4(B) se puede ver que el valor de $f_s - f_n$ posee simetría de rotación, ya que cualquier resultado que cumpla $|\psi| = |\psi_\infty|$ será una situación de mínima energía. Esto quiere decir que la fase puede tomar cualquier valor sin cambiar el resultado. Sin embargo, experimentalmente el parámetro de orden es $|\psi| = |\psi_\infty|e^{i\varphi}$, con una fase φ concreta. Esto significa que la transición superconductora implica una ruptura de simetría ya que, aunque la cantidad $f_s - f_n$ tiene simetría de rotación, los estados de equilibrio particulares no la conservan.

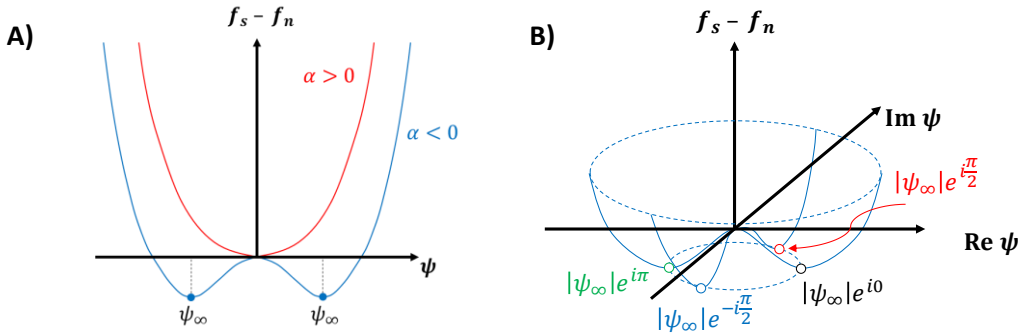


FIGURA 1.4 A) Representación esquemática del valor de $f_s - f_n$ frente a la función de onda de Ginzburg – Landau. Cuando $\alpha > 0$ (en rojo) la condición de equilibrio se alcanza para $\psi = 0$, por lo que no hay transición superconductora. En cambio, cuando $\alpha < 0$ (en azul) la condición de equilibrio es $\psi \neq 0$ y ocurre la transición al estado superconductor. **B)** Figura anterior teniendo en cuenta la fase φ de la función de onda de Ginzburg – Landau. Existe una simetría de revolución que se rompe cuando el material transita al estado superconductor, ya que la fase tiene que tener un valor concreto.

Dependencia de las longitudes características superconductoras con la temperatura

Del desarrollo de la energía libre se pueden obtener las ecuaciones diferenciales de Ginzburg – Landau para el parámetro de orden:

$$-\frac{1}{2m^*} \left(\frac{\hbar}{i} \vec{\nabla} + \frac{e^*}{c} \vec{A} \right)^2 \psi + \alpha \psi + \beta |\psi|^2 \psi = 0$$

$$\vec{J}_s = \frac{e^*}{m^*} |\psi|^2 \left(\hbar \vec{\nabla} \varphi - \frac{e^*}{c} \vec{A} \right) = e^* |\psi|^2 \vec{v}_s$$

En ausencia de campos magnéticos, trabajando en una única dimensión por simplicidad, sustituyendo $\psi(x) = \sqrt{-\alpha/\beta} f(x)$ en la primera ecuación de Ginzburg – Landau, e imponiendo que fuera del superconductor se cumpla que $|\psi|^2 = 0$, se obtiene la siguiente ecuación diferencial:

$$-\frac{\hbar^2}{2m^* \alpha} f''(x) + f(x) - f(x)^3 = 0$$

De esta ecuación diferencial se obtiene otra de las longitudes características del superconductor, la longitud de coherencia, que viene dada por es:

$$\xi(T) = \sqrt{-\frac{\hbar^2}{2m^* \alpha(T)}}$$

La figura 1.5 muestra la solución de la anterior ecuación diferencial. Como se puede apreciar, longitud de coherencia es la longitud característica a lo largo de la cual ocurren las variaciones del parámetro de orden ψ . Asumiendo que $\alpha(T) = \alpha_0(T_c - T)^5$, ya que por definición $\alpha = 0$ en $T = T_c$, se obtiene que la variación de la longitud de coherencia con la temperatura es:

$$\xi(T) = \frac{\xi(0)}{\sqrt{1 - T/T_c}}$$

De la misma forma, utilizando la expresión de la longitud de penetración de London λ_L , el parámetro de orden y los coeficientes α y β de la teoría de Ginzburg – Landau, se tiene que la variación de la longitud de penetración varía con la temperatura según la expresión:

$$\lambda(T) = \frac{\lambda(0)}{\sqrt{1 - T/T_c}}$$

Siendo $\xi(0)$ y $\lambda(0)$ dos parámetros que dependen del material, ambas longitudes características divergen cuando la temperatura se aproxima a la T_c . Esto quiere decir que, conforme la temperatura se aproxima a la transición superconductor ($T < T_c$), la distancia que puede penetrar el campo magnético dentro del superconductor se hace mayor, mientras que las fluctuaciones en el parámetro de orden se extienden cada vez más en el espacio.

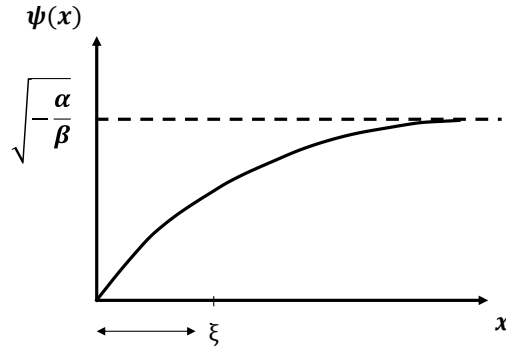


FIGURA 1.5 Solución de la primera ecuación de Ginzburg – Landau para una dimensión. En el eje x aparece indicada la longitud de coherencia ξ , que es la longitud característica a lo largo de la cual decaen las perturbaciones $\psi(x) - \psi_\infty$.

El cociente entre estas dos longitudes características es el parámetro de Ginzburg – Landau, $\kappa = \lambda/\xi$, que resulta ser de gran importancia, ya que su valor caracteriza la respuesta de los superconductores ante los campos magnéticos externos, dividiéndolos en los dos tipos antes mencionados:

$$\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}} \Rightarrow \text{Superconductor Tipo I}$$

$$\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}} \Rightarrow \text{Superconductor Tipo II}$$

Las figuras 1.6(A) y 1.6(B) representan esquemáticamente la relación entre las longitudes características en la superficie de un superconductor cuando se aplica un campo magnético. Como se puede ver, los superconductores Tipo I cumplen que $\xi \gg \lambda$, mientras que los Tipo II cumplen que $\xi \ll \lambda$. Esto tiene importantes implicaciones en la respuesta del superconductor en presencia campos magnéticos⁷.

En presencia de campos magnéticos, la energía por unidad de superficie asociada a una interfaz entre material en estado superconductor y material en estado normal es:

$$\gamma = \frac{H_c^2}{8\pi} \int_{-\infty}^{\infty} dx \left[\left(1 - \frac{B}{H_c}\right)^2 - \frac{|\psi|^4}{|\psi_\infty|^4} \right]$$

Para superconductores Tipo I, hay una región $\xi - \lambda$ en la cual $B = 0$ y $|\psi| < |\psi_\infty|$, haciendo que el valor de γ sea positivo. Por tanto, los superconductores Tipo I tienden a minimizar el área total, dando lugar a una respuesta homogénea ante un campo magnético externo.

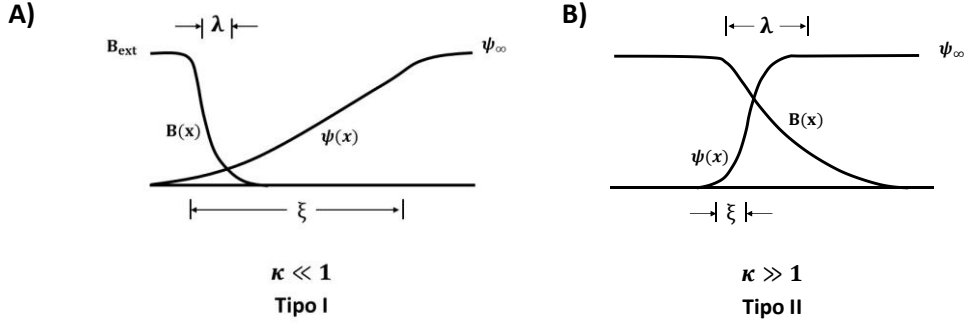


FIGURA 1.6 A) Representación esquemática de la longitud de penetración λ y la longitud de coherencia ξ en un superconductor Tipo I. En estos superconductores $\xi > \lambda$. **B)** Representación esquemática de la longitud de penetración λ y la longitud de coherencia ξ en un superconductor Tipo II. En estos superconductores $\lambda > \xi$.

En cambio, en los superconductores Tipo II existe una región $\lambda - \xi$ en la que $B \neq 0$ y $|\psi| = |\psi_\infty|$, lo que hace que el valor de γ sea negativo. Por tanto, los superconductores de Tipo II tienden a crear en su interior superficies que separan el estado superconductor del estado normal, con el objetivo de minimizar la energía del sistema. Sin embargo, esto lleva al problema de que el superconductor tendería a crear superficies a escalas arbitrariamente pequeñas, dando lugar a inhomogeneidades a distancias en las cuales la teoría de Ginzburg – Landau no es aplicable. La solución a este problema viene dada por la cuantización del flujo magnético, que impide que el flujo que atraviesa el superconductor pueda ser menor que el valor del cuanto de flujo Φ_0 .

Vórtices superconductores: cuantización del flujo magnético

Desde el punto de vista de la teoría de Ginzburg – Landau, aunque la $f_s - f_n$ tiene simetría de rotación, la función de onda compleja ψ debe ser monovaluada. Esto quiere decir que la fase φ debe tener un valor concreto (ruptura de simetría) y que además tiene que variar en múltiplos enteros de 2π a lo largo de un circuito cerrado⁸. Esto significa que:

$$\oint \vec{dl} \cdot \vec{\nabla} \varphi = 2\pi n$$

Por otro lado, en regiones lo suficientemente internas del superconductor se tiene que $\vec{v}_s \rightarrow 0$, por lo que, a partir de la segunda ecuación de Ginzburg – Landau se tiene que:

$$\left(\hbar \vec{\nabla} \varphi - \frac{e^*}{c} \vec{A} \right) = 0$$

Si se calcula el flujo de un campo magnético \vec{B} a través de una superficie \vec{S} en el interior de un superconductor, se tiene que:

$$\Phi = \int \vec{dS} \cdot \vec{B} = \oint_{\partial S} \vec{dl} \cdot \vec{A} = \frac{c\hbar}{e^*} \oint_{\partial S} \vec{dl} \cdot \vec{\nabla} \varphi = \frac{c\hbar}{e^*} 2\pi n = n\Phi_0$$

El flujo magnético a través de un superconductor está cuantizado^{9,10} y su valor es:

$$\phi_0 = \frac{hc}{e^*} = 2.07 \cdot 10^{-15} \text{ T} \cdot \text{m}^2$$

Cuando un superconductor Tipo II se encuentra en un campo magnético, este puede penetrar en el interior del material, ya que es energéticamente favorable crear superficies que separan zonas en estado superconductor de zonas en estado normal. Debido a la cuantización del flujo magnético, el campo pasa a través de filamentos de flujo llamados vórtices superconductores⁷. Cada uno de estos vórtices es un cuanto de flujo, y su estructura, de forma cilíndrica, está ilustrada de forma esquemática en la figura 1.7. En el interior del vórtice se encuentra el núcleo, con un diámetro igual a 2ξ . Rodeando al núcleo está la pared del vórtice, con un grosor $\lambda - \xi$, donde hay *supercorrientes* apantallan gradualmente el campo magnético hasta anularlo por completo fuera de la pared. El núcleo es una zona de material en estado normal en la que la intensidad de campo magnético \vec{B} es máxima y el valor de $|\psi|^2$ cambia de 0 en el centro a n_s en la frontera con la pared. Más allá de esta zona se tiene que $\vec{B} = 0$. La simetría circular del vórtice se debe a que la fase φ de la función de onda debe cambiar en valores enteros de 2π , ya que el parámetro de orden debe ser monovaluado.

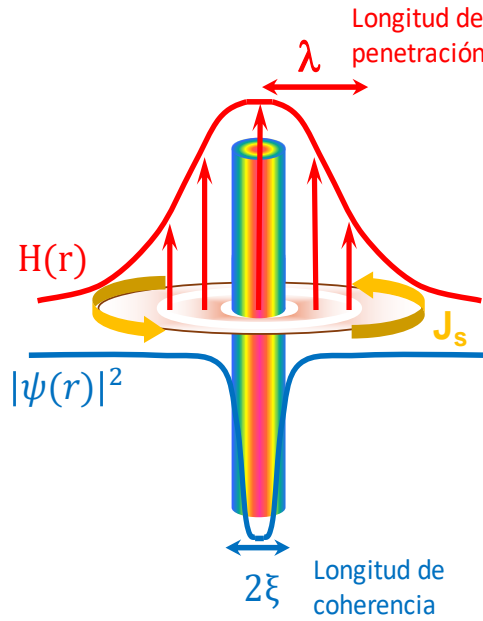


FIGURA 1.7 Representación esquemática de la estructura de un vórtice. En el centro, el radio del núcleo está determinado por la longitud de coherencia $\xi(T)$. La pared del vórtice, donde se encuentran las supercorrientes \vec{J}_s tiene una anchura $\lambda - \xi$.

Los vórtices superconductores tienen asociada una energía libre por unidad de longitud (J/m) o tensión de línea que viene dada por la expresión:

$$\epsilon_l = \left(\frac{\Phi_0}{4\pi\lambda} \right)^2 \ln \kappa$$

Es decir, nuclear un vórtice aumenta la energía del superconductor. Esto tiene una consecuencia muy importante, ya que en presencia de un campo magnético no siempre es favorable nuclear un vórtice con respecto a expulsar el campo por completo. Como se comentó al final de la sección 1.1 del presente capítulo, en 1935 se había observado que ciertas aleaciones superconductoras cumplían $\chi = -1$ (efecto Meissner) para campos magnéticos entre 0 y un valor H_{c1} . En cambio, sin abandonar el estado superconductor, su curva de imanación no cumplía con el efecto Meissner para valores de campo entre H_{c1} y H_{c2} ⁴. Gracias a la teoría de Ginzburg – Landau es posible explicar este comportamiento ⁷. El campo crítico inferior H_{c1} viene dado por el valor de campo en el cual deja de ser favorable, desde un punto energético, expulsar el campo magnético de todo el material. Es entonces cuando nuclea el primer vórtice, penetrando el campo dentro del superconductor. Por tanto, el valor del primer campo crítico viene dado por:

$$H_{c1} = \frac{4\pi\epsilon_l}{\Phi_0}$$

Al ir aumentando el campo por encima de H_{c1} nuclean cada vez más vórtices en el superconductor. Para cierto valor de campo la densidad de vórtices en el superconductor llega a un valor crítico, situación en la que los núcleos solapan. El material transita al estado normal. Este valor de campo magnético es el campo crítico superior H_{c2} , que marca la transición entre el estado superconductor y el estado normal en un superconductor Tipo II. El valor del segundo campo crítico depende de la temperatura a través de la relación

$$H_{c2}(T) = \frac{\Phi_0}{2\pi[\xi(T)]^2} = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi(0)^2} \cdot \sqrt{1 - T/T_c}$$

En resumen, los superconductores Tipo I solo tienen un campo crítico H_c , el cual marca la transición entre el estado superconductor y el estado normal. Para campos magnéticos por debajo de H_c el superconductor siempre presenta un diamagnetismo perfecto. En cambio, los superconductores Tipo II tienen dos campos críticos H_{c1} y H_{c2} . Para valores de campo menores que H_{c1} también presentan un diamagnetismo perfecto, expulsando el campo magnético por completo. En cambio, para valores entre H_{c1} y H_{c2} , el campo magnético penetra en el superconductor de forma cuantizada en forma de vórtices. Esta región del diagrama de fases comprendida entre los dos campos críticos se denomina estado mixto. Ambos diagramas de fases están ilustrados de forma esquemática en las figuras 1.8(A) y 1.8(B).

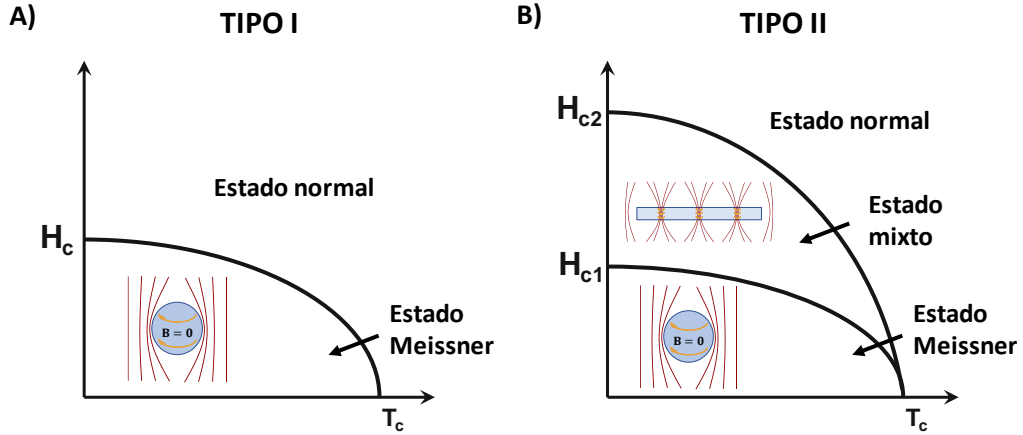


FIGURA 1.8 Mapas de fases correspondientes a los superconductores Tipo I (A) y Tipo II (B).

La red de vórtices superconductores

En el estado mixto, los vórtices superconductores pueden ser entendidos como partículas individuales de forma cilíndrica que interaccionan entre sí. Cuando las *supercorrientes* que rodean el núcleo de un vórtice interaccionan con las *supercorrientes* de un segundo vórtice, aparece una fuerza repulsiva entre ambos. La longitud efectiva de esta fuerza repulsiva es la longitud de penetración λ , ya que es la distancia a lo largo de la cual se extienden las *supercorrientes* en torno al núcleo. Idealmente, los vórtices se organizan en una red triangular, minimizando la energía de interacción entre todos ellos. La red de vórtices, llamada red de Abrikosov⁷, tiene un parámetro de red que depende del campo magnético aplicado; es decir, del número de vórtices presentes en el superconductor. Este parámetro de red viene dado por la expresión:

$$a_0 = \left(\frac{2}{\sqrt{3}} \right)^{1/2} \sqrt{\frac{\Phi_0}{B}}$$

La figura 1.9(A) muestra una imagen de la red de Abrikosov, obtenida mediante decoración Bitter, en una aleación Pb con un 4% de Indio (In) a 1.1 K y 0.3 T¹¹. También se han obtenido imágenes de la red de vórtices mediante microscopía de efecto túnel (STM)¹², mediante microscopía Lorentz¹³ o microscopía de sonda Hall¹⁴.

Anclaje de vórtices superconductores

En materiales superconductores libres de defectos, la red de vórtices tiene una estructura triangular. La presencia de defectos en el material (impurezas, dislocaciones, fronteras de grano, corrugación, etc.) tiende a distorsionar la red de Abrikosov¹³⁻¹⁵. Esto se debe a que la interacción de los vórtices con los defectos genera fuerzas que alteran las constantes elásticas de la red. En la figura 1.9(B) se muestra una imagen de la red de vórtices tomada mediante STM en una lámina delgada de Tungsteno

(W) adaptada de la referencia [15]. En esta imagen se aprecia de forma clara como la presencia de dislocaciones (en rojo) distorsionan la geometría triangular red de Abrikosov. Además, se puede ver que los vórtices tienden a situarse a lo largo de estas dislocaciones.

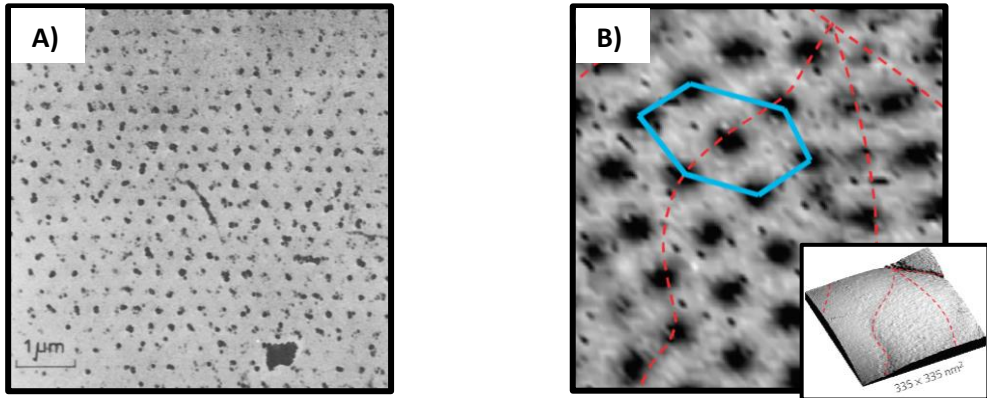


FIGURA 1.9 A) Imagen de la red de Abrikosov obtenida por decoración Bitter. La imagen corresponde a una red de vórtices a una temperatura 1.1 K y un campo de 0.3 T en un cilindro de Pb – 4%In [11]. **B)** Imagen de la red de vórtices obtenida mediante STM a 1 K y un campo de 0.1 T en una lámina delgada de W. La red de Abrikosov está distorsionada debido a la presencia de dislocaciones en el material. Los vórtices tienen a situarse en estas dislocaciones. Figura adaptada de la referencia [15].

Según la naturaleza del defecto, la interacción con los vórtices puede ser de dos tipos: anclaje del núcleo o anclaje magnético:

- **Anclaje del núcleo:** cuando el valor de n_s disminuye en cierta zona del material, concentrar el campo magnético en esa zona, nuclear un vórtice, implica un menor aumento de la energía libre del sistema¹⁶. Esta depresión en el parámetro de orden puede estar originada por un defecto o por el contacto con un metal en el estado normal (efecto de proximidad). En este caso, la fuerza de anclaje o de *pinning* es siempre atractiva y su eficiencia depende del tamaño del defecto en comparación con ξ . Si el defecto es muy pequeño la fuerza es poco efectiva. En cambio, si el defecto resulta ser muy grande, la fuerza de anclaje será muy efectiva evitando que el vórtice salga del defecto, pero no será capaz de evitar que se mueva dentro del mismo. El tamaño ideal para los defectos debe cumplir $\xi \sim \sqrt[3]{V_D}$, donde V_D es el volumen en la cual el parámetro de orden está deprimido. Además, debido a que $\xi = \xi(T)$, el tamaño del vórtice depende de la temperatura, lo que implica cambios en la eficiencia del anclaje producido por un conjunto concreto de defectos.
- **Anclaje magnético:** ocurre cuando en el superconductor hay campos de fugas (\vec{m}) creados por defectos magnéticos que alteran la distribución de *supercorrientes* en el material¹⁷. En ausencia de un campo magnético externo, el superconductor genera *supercorrientes* para apantallar el campo de fugas. Al aplicar un campo externo \vec{H} , la fuerza entre vórtices y defectos será atractiva o repulsiva en función de la orientación relativa entre el momento magnético del defecto \vec{m} y \vec{H} . Sin son paralelos, las *supercorrientes* que rotan en torno al

núcleo de los vórtices son de signo contrario a las que confinan el campo de fugas del defecto. Por tanto, situar el vórtice sobre el defecto supone una densidad de *supercorrientes* menor, lo que implica un aumento menor en la energía libre del sistema y, por tanto, la fuerza entre defecto y vórtice será atractiva. En cambio, si son antiparalelos la fuerza entre defecto y vórtice será repulsiva, ya que situar el vórtice sobre el defecto implica un aumento mayor en la energía libre del sistema.

En consecuencia, entre vórtices y defectos aparecen fuerzas que tiende a distorsionar la geometría triangular de la red de vórtices. Las posiciones de equilibrio de los vórtices vienen dadas por el resultado de la competición entre la fuerza repulsiva vórtice – vórtice y la fuerza entre vórtices y defectos.

1.1.3 Teoría BCS

Unos años después del desarrollo de la teoría fenomenológica de Ginzburg – Landau, John Bardeen, Leon Neil Cooper y John Robert Schrieffer publican la primera teoría microscópica de la Superconductividad en 1957^{18,19}. La Teoría BCS (Bardeen, Cooper, Schrieffer) explica el mecanismo microscópico del cual emerge la superconductividad.

En esta teoría, los electrones se emparejan mediante vibraciones de la red (fonones), formando cuasipartículas de espín cero denominadas pares de Cooper. Como muestra la figura 1.10(A), cuando un electrón viaja a través de un cristal su carga negativa deja una estela de polarización positiva, ya que tiende a atraer a los iones de la red cristalina. Los iones, pesados y de relajación lenta, tardan en volver a sus posiciones de equilibrio (figura 1.10(B)). Otro electrón es atraído por la nube de carga positiva, por lo que termina siguiendo al primer electrón (figura 1.10(C)). Como consecuencia, la resistencia del estado normal al movimiento de los electrones desaparece en el estado superconductor. En la práctica esto resulta en que ambos electrones se atraen entre sí por una interacción mediada por un fonón. Debido al principio de exclusión de Pauli estos dos electrones tienen que tener momentos y espines opuestos ($|\vec{k}, \uparrow\rangle$ y $|\vec{k}, \downarrow\rangle$). Por tanto, la carga efectiva e^* y la masa efectiva m^* , que en las teorías de London y de Ginzburg – Landau eran la carga y la masa efectivas de los *electrones superconductores*, resultan ser $e^* = 2e$ y $m^* = 2m_e$.

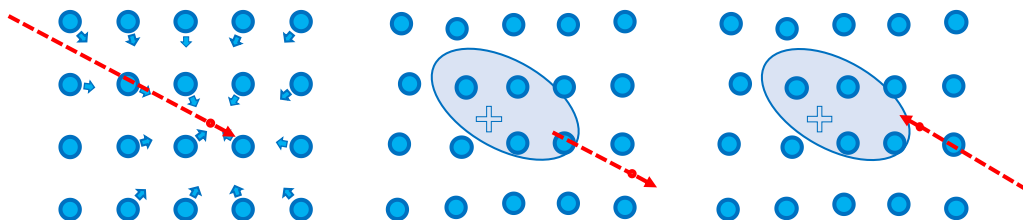


FIGURA 1.10 Ilustración esquemática muy simplificada del emparejamiento de los electrones en pares de Cooper. **A)** A su paso, un primer electrón polariza la red de cristalina del material. **B)** Debido a la gran masa de los iones con respecto a la de los electrones, la red de iones tarda en relajarse. **C)** Un segundo electrón, de momento opuesto al del primero, siente la nube de carga positiva y es atraído hacia ella.

Al tener espín cero, los pares de Cooper siguen la estadística de Bose-Einstein, por lo que en el estado superconductor estas cuasipartículas forman un condensado de tipo Bose – Einstein. Esto implica que todos los pares de Cooper en el material pueden ser descritos por la misma función de onda macroscópica (la función de onda BCS) y tienen coherencia de fase. Al actuar el conjunto de pares de Cooper como un condensado, romper un par implica superar un gap de energía.

Dos años después L. P. Gor'kov publica un artículo en el que obtiene las ecuaciones de la teoría de Ginzburg – Landau a partir de la teoría microscópica de Bardeen, Cooper y Schrieffer, relacionando ambas teorías²⁰. Los superconductores convencionales son aquellos que cumplen la teoría BCS. En la figura 1.11, que muestra las distintas familias de superconductores en función de su temperatura crítica y su año de descubrimiento, los superconductores convencionales están representados mediante círculos verdes. Durante décadas, el Nb₃Ge mantuvo el título de superconductor con mayor temperatura crítica (23 K).

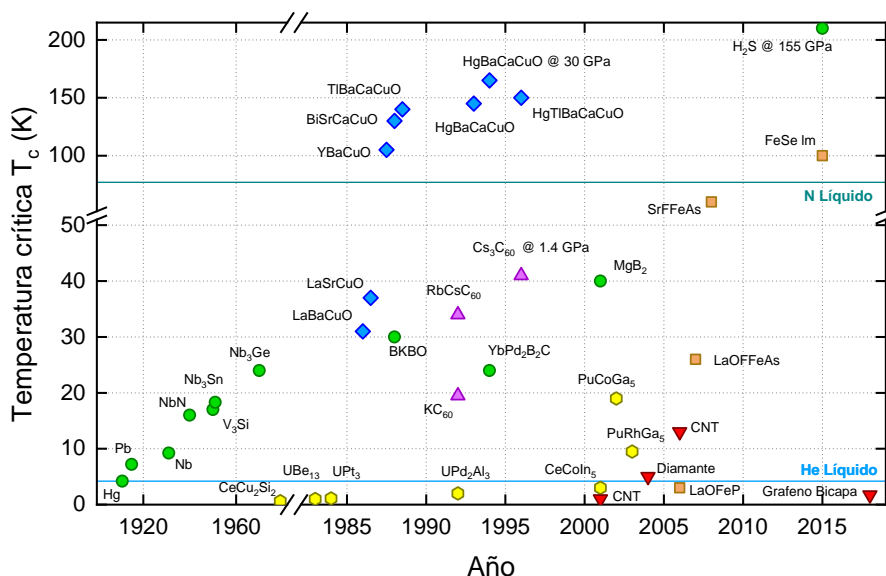


FIGURA 1.11 Línea temporal de los distintos superconductores descubiertos ordenados en función del año de descubrimiento (eje horizontal) y su temperatura crítica (eje vertical). Los círculos verdes corresponden a los superconductores convencionales o BCS [19], los rombos azules corresponden a los cupratos (HTSC) [21], los cuadrados naranjas son los pnicturos de hierro [22], los hexágonos amarillos corresponden a superconductores de fermiones pesados [23], los triángulos rosas corresponden a fulerenos dopados con materiales alcalinos [24] y los triángulos rojos a superconductores basados exclusivamente en carbono [25].

1.1.4 Superconductores no convencionales

Tras décadas sin pasar de la barrera de los 25 K, en 1986 se descubrió un nuevo tipo de superconductores cerámicos, los cupratos, siendo el compuesto La_{2-x}Ba_xCuO₄, y con temperaturas críticas por encima de los 35 K²¹. Los cupratos están representados por rombos azules en la figura

1.11 y, como se puede ver en dicha figura, su descubrimiento dio comienzo a una carrera por encontrar nuevos superconductores con temperaturas críticas cada vez más altas. En general, en estos superconductores no convencionales, el mecanismo del que emerge la superconductividad no puede ser explicado por la teoría BCS, aunque se intuye que sigue siendo resultado de la formación de pares de Cooper²⁶.

1.2 DINÁMICA DE VÓRTICES SUPERCONDUCTORES

Hasta ahora se han considerado superconductores en equilibrio. Como se ilustra en la figura 1.12(A), cuando se introduce una densidad de corriente eléctrica \vec{J} en un superconductor Tipo II en el estado mixto, aparece una fuerza de Lorentz que tiende a mover los vórtices de sus posiciones de equilibrio⁸:

$$\vec{F}_L = \frac{1}{c} \vec{J} \times \vec{\Phi}_0$$

Por tanto, la dirección de movimiento de los vórtices, es perpendicular a la dirección de la corriente y a la dirección del campo aplicado. La figura 1.12(B) muestra un esquema de esta situación, en la cual los vórtices en movimiento generan un campo eléctrico que viene dado por:

$$\vec{E} = \frac{1}{c} \vec{B} \times \vec{v}$$

El campo eléctrico generado por los vórtices en movimiento es perpendicular al campo aplicado y a la dirección de movimiento de los vórtices, por lo que es paralelo a la densidad de corriente \vec{J} . En definitiva, inyectar corriente en un superconductor en el estado mixto implica la presencia de una caída de potencial a lo largo de la dirección por la que se inyecta corriente y, por tanto, una resistencia distinta de cero. La figura 1.12(C) muestra esquemáticamente esta situación.

Sin embargo, como se ha mencionado al final del apartado 1.2, si las fuerzas entre defectos y vórtices son atractivas, estos últimos tienden a estar anclados. Debido a que la fuerza ejercida sobre los vórtices es proporcional a la corriente, cuando los vórtices se encuentran anclados en defectos por una fuerza de *pinning* (F_p) hay que aplicar cierto valor mínimo de corriente, la corriente crítica (J_c), para empezar a moverlos^{27,28}. Esto quiere decir que, para valores de corriente por debajo de la corriente crítica, el valor de resistencia medido será cero, ya que los vórtices no se mueven ($F_L < F_p$). Los vórtices comienzan a moverse cuando el valor de la corriente aplicada es mayor que la corriente crítica ($F_L > F_p$).

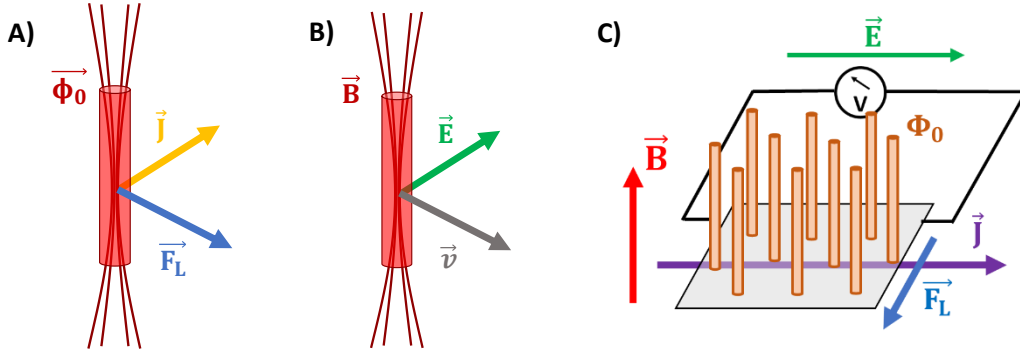


FIGURA 1.12 **A)** Representación de la fuerza de Lorentz (\vec{F}_L) que mueve los vórtices ($\vec{\Phi}_0$) cuando se inyecta una densidad de corriente \vec{j} en un superconductor en el estado mixto. **B)** Representación del campo eléctrico (\vec{E}) generado por los vórtices en movimiento (\vec{v}). **C)** Esquema que ilustra la relación entre los vectores anteriores en una lámina delgada superconductora.

1.2.1 Efecto de conmensurabilidad

Al inyectar corriente en un superconductor, los vórtices se mueven sometidos a una fuerza que es la resultante de la competición entre la fuerza de Lorentz (F_L) inducida en los vórtices por la corriente aplicada, la fuerza de *pinning* (F_p) entre defectos y vórtices, introducida a través del potencial de anclaje creado por los defectos, y la fuerza de interacción entre vórtices (F_{vv}). La litografía por haz de electrones (EBL) permite introducir un potencial de anclaje mediante la fabricación de redes periódicas de defectos artificiales con tamaños del orden de la longitud de coherencia de los superconductores convencionales.

El efecto de conmensurabilidad tiene lugar cuando, en presencia de estas redes de defectos artificiales, la red de vórtices abandona la geometría triangular característica de la red de Abrikosov para adoptar la geometría impuesta por la red de defectos²⁹. Para ciertos valores de campo (B_m), cuando la densidad de vórtices en el superconductor es igual a un número entero de la densidad de defectos, la disipación de los vórtices en movimiento desciende abruptamente, debido a un acusado aumento en la fuerza de *pinning* y por tanto en la corriente crítica³⁰. Estos valores de campo, denominados campos de *matching*, vienen dados por la expresión:

$$B_m = n \cdot \frac{\Phi_0}{S}$$

donde n es un número entero y S es el área de la celda unidad de la red de defectos artificiales. La figura 1.13(A) es una representación esquemática de la celda unidad de defectos en el primer campo de *matching*.

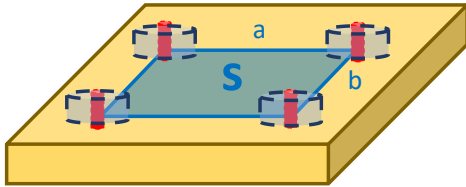
Como ejemplo, la figura 1.13(B) muestra dos curvas de magnetorresistencia (R vs H) medida en dos láminas delgadas de 100 nm de Nb, una de ellas sin defectos artificiales (en negro) y la otra con una red artificial rectangular de defectos (rojo). Mientras que en la lámina delgada sin defectos artificiales se tiene un aumento monótono de la resistencia con respecto al campo, en la lámina con defectos artificiales aparece una estructura periódica de mínimos profundos, huella dactilar del efecto de

conmensurabilidad. Cada uno de estos mínimos aparece en un campo de *matching* (H_m) distinto, en los cuales el número de vórtices por defecto es un número entero (n). La periodicidad de estos campos de *matching* es $\Delta H_m = 87.8$ Oe. Esta periodicidad en la estructura de mínimos está relacionada con la geometría rectangular de una red de defectos cuya celda unidad es de dimensiones 400 nm x 600 nm, ya que:

$$B_1 = \frac{2.07 \cdot 10^{-15} \text{ T} \cdot \text{m}^2}{(400 \cdot 10^{-9} \text{ m})(600 \cdot 10^{-9} \text{ m})} = 0.0086 \text{ T} \Rightarrow H_1 = 86 \text{ Oe}$$

**A) Primer campo de *matching*
 $n = 1$**

$$H_1 = \frac{\phi_0}{a \cdot b}$$



B)

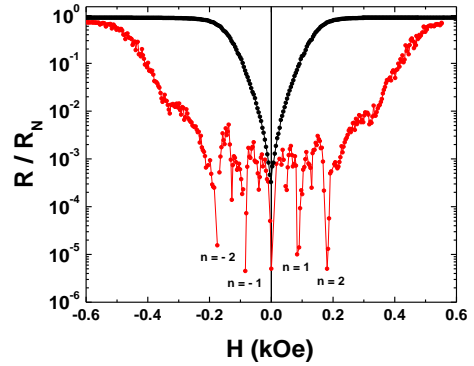


FIGURA 1.13 A) Representación esquemática de la celda unidad de defectos artificiales en el primer campo de *matching*, cuando hay un vórtice por defecto. Los defectos están representados por cilindros de color azul y línea discontinua, mientras que los vórtices están representados por cilindros de color rojo. Las dimensiones de la celda unidad son a y b , mientras que la superficie es $S = a \cdot b$. **B)** Curvas R vs H correspondientes a una lámina delgada de Nb de 100 nm de espesor sin defectos artificiales (negro) y con un *array* rectangular (400 nm x 600 nm) de *dots* circulares de Ni (rojo), medidas a una temperatura $T = 0.985T_{c0}$. El eje vertical ha sido normalizado con respecto a la resistencia en el estado normal (R_N)

Para el segundo campo de *matching* (H_2) se tienen dos vórtices anclados por celda unidad. La figura 1.14(A) muestra una imagen de la red de vórtices en el primer campo de *matching* tomada mediante microscopía Lorentz en una lámina delgada de Nb de 100 nm de espesor con un *array* cuadrado de defectos¹³. Los vórtices, que aparecen como puntos de contraste claro y oscuro, han adoptado la geometría cuadrada de la red de defectos. En la figura 1.14(B), debido a que el campo aplicado está fuera de la condición de *matching*, hay celdas ocupadas por un vórtice y celdas ocupadas por dos vórtices. En esta situación la corriente crítica es menor. La figura 1.14(C) muestra la red de vórtices en el segundo campo de *matching*, cuando cada celda unidad de la red de defectos está ocupada por dos vórtices.

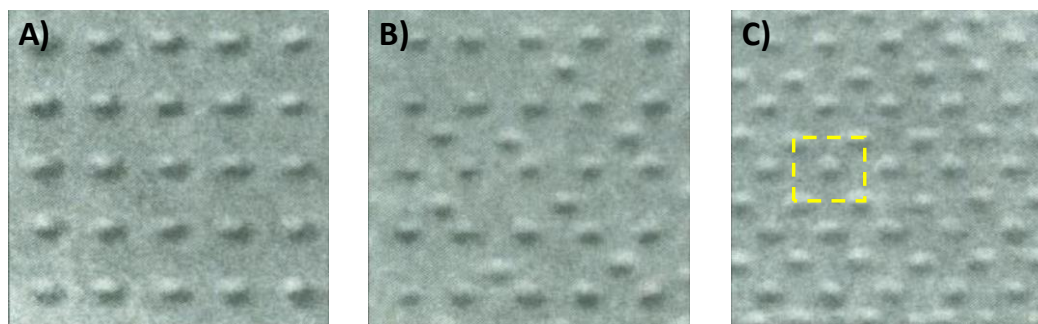


FIGURA 1.14 Imágenes realizadas mediante microscopía Lorentz en las que se puede apreciar el efecto de conmensurabilidad de la red de vórtices en una muestra de Nb de 100 nm de espesor con una red cuadrada de defectos nanométricos. **A)** Primer campo de *matching* $H = H_1$. **B)** Para $H = 1.5 H_1$ los vórtices comienzan a situarse en las zonas intersticiales entre defectos. **C)** Segundo campo de *matching* $H_2 = 2H_1$. El cuadrado amarillo representa la celda unidad de la red de defectos artificiales. En este caso hay un vórtice en cada defecto y un vórtice en cada intersticio, lo que equivale a dos vórtices por celda unidad. Imágenes adaptadas de la referencia [13].

El efecto de conmensurabilidad se ha estudiado en diversas geometrías, como la rectangular³¹, Kagomé^{32,33}, panal de abeja (*honeycomb*)³⁴ o incluso geometrías quasiperiódicas^{35–37}, y en multitud de materiales superconductores como el Nb³⁰, láminas delgadas de Pb³⁸, multicapas de Nb/Ge³⁹, NbSe₂⁴⁰ o superconductores de alta temperatura como el YBCO⁴¹.

1.2.2 Efecto *ratchet* superconductor

Propuesto por C. S. Lee *et al.* en 1999 como una estrategia para mejorar las propiedades de transporte de los superconductores convencionales, el efecto *ratchet* superconductor consiste en manipular la dinámica de vórtices mediante potenciales de anclaje asimétricos⁴², obteniendo, a partir de una excitación alterna (I_{AC}), una señal continua (V_{DC}).

Inyectar una corriente alterna I_{AC} de frecuencia f en un superconductor ideal en el estado mixto, resulta en el movimiento de los vórtices, promediado sobre un periodo ($1/f$) de la corriente, es nulo. Esto se debe a que no hay direcciones preferentes para el movimiento de los vórtices, por lo que a lo largo de un semiperiodo los vórtices se mueven una distancia x en la dirección perpendicular a la corriente, y a lo largo del siguiente semiperiodo los vórtices se mueven una distancia $-x$ a lo largo de dicha dirección. Por tanto, la caída de potencial V_{DC} promedio es cero. Esta situación está ilustrada en la figura 1.15(A). En cambio, si se elige adecuadamente la forma del potencial de anclaje introducido en el superconductor, es posible obtener un movimiento distinto de cero. En concreto, el potencial debe ser asimétrico, ya que es necesario establecer un sentido “fácil” para el movimiento de los vórtices. En esta situación, aparece una caída de potencial V_{DC} lo largo de la dirección en la que se ha inyectado I_{AC} , perpendicular al movimiento de los vórtices. Esta situación se muestra de forma esquemática en la figura 1.15(B).

El efecto *ratchet* superconductor fue demostrado experimentalmente por Villegas *et al.*⁴³ en el año 2003. En este trabajo se estudia la dinámica de la red de vórtices en una película de Nb crecida sobre una red cuadrada de triángulos de Níquel (Ni), la cual se muestra en la figura 1.15(C). Los triángulos

establecen un potencial de anclaje asimétrico que define un sentido del movimiento fácil para los vórtices, desde la base hacia la punta de los triángulos (en rojo). Al inyectar una corriente alterna I_{AC} a lo largo de la dirección paralela a las bases, el movimiento promedio de la red de vórtices es distinto de cero, lo que resulta en una caída de potencial V_{DC} . La figura 1.15(D) muestra una gráfica V_{DC} vs I_{AC} en la que las curvas magenta, rojo y azul corresponden a distintas frecuencias de la corriente alterna, inyectada a lo largo de la dirección paralela a las bases. Por otro lado, al inyectar la señal I_{AC} a lo largo de la dirección base – punta, la señal V_{DC} medida es nula, ya que, puesto que no hay asimetría en la dirección paralela a las bases, el movimiento promedio de los vórtices a lo largo de esta dirección es nulo.

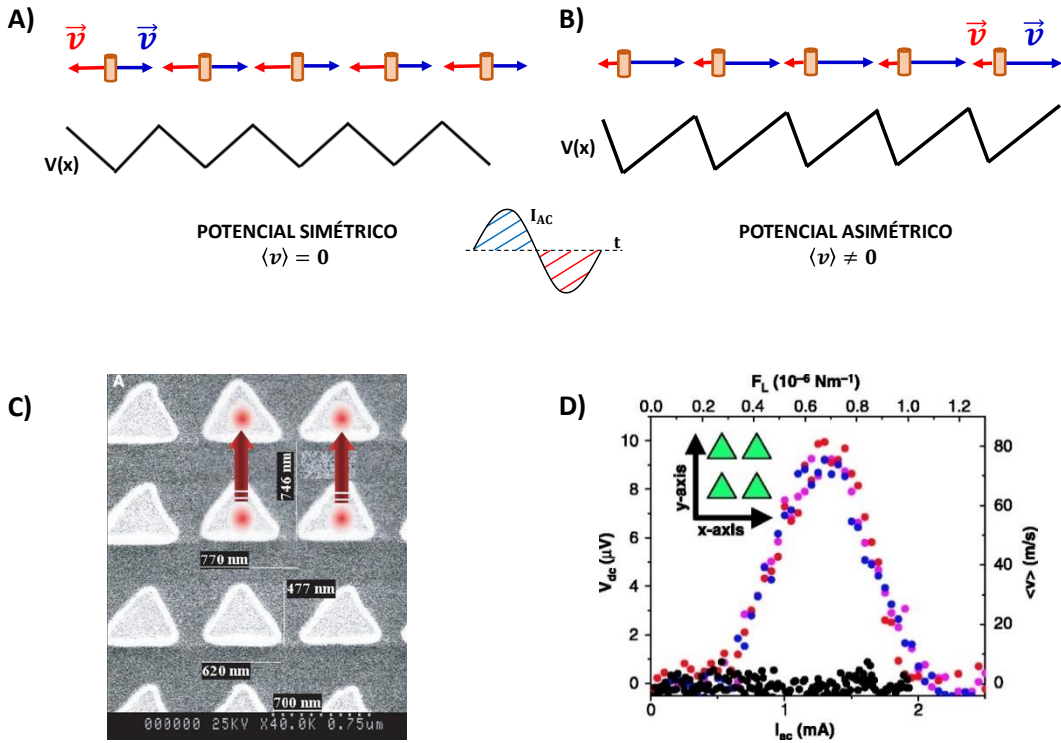


FIGURA 1.15 A) Representación esquemática de la red de vórtices moviéndose sobre un potencial simétrico debido a una corriente alterna I_{AC} . La velocidad inducida sobre los vórtices en un semiperiodo (azul) es de sentido contrario a la inducida en el segundo semiperiodo (rojo), por lo que la velocidad de la red promediada sobre un periodo entero es nula. B) En este caso la red de vórtices se mueve sobre un potencial asimétrico. La velocidad promedio es ahora distinta de cero, ya que el potencial asimétrico define un sentido “fácil” del movimiento en el cual la velocidad de los vórtices es mayor (azul) que en el sentido contrario (rojo). C) Imagen SEM de la red cuadrada de triángulos de Ni sobre la que se mueven los vórtices en [34]. La red de triángulos introduce un potencial asimétrico que define un sentido fácil (flechas rojas) para el movimiento de los vórtices. D) Curvas V_{DC} vs I_{AC} tomadas para el primer campo de *matching*. Las curvas magenta, azul y rojo corresponden a una corriente I_{AC} de frecuencias 10 kHz, 1 kHz y 0.5 kHz respectivamente, inyectada a lo largo de la dirección paralela a las bases (los vórtices se mueven a lo largo de la dirección perpendicular). La curva negra corresponde a una corriente de frecuencia 10 kHz inyectada a lo largo de la dirección perpendicular a las bases (los vórtices se mueven a lo largo de la dirección paralela a las bases).

1.3 MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS

El potencial sobre el que se mueven los vórtices superconductores determina por completo su dinámica. Como se ha explicado a lo largo de esta introducción, es posible modificar estos potenciales mediante la introducción de *arrays* ordenados de nanoestructuras artificiales en el interior del superconductor, dando lugar al efecto de conmensurabilidad o al efecto *ratchet* superconductor. El trabajo de esta tesis pretende la modificación *in situ* de estos potenciales artificiales mediante parámetros externos como el campo magnético o la temperatura, con el objetivo de estudiar el resultado de dicha modificación en la dinámica de vórtices mediante medidas de magnetotransporte. La modificación de estos potenciales es posible debido a la naturaleza magnética o superconductora de los materiales con los que están fabricadas las nanoestructuras que los generan, dando lugar a escenarios en los cuales es posible forzar la aparición o la desaparición del efecto de conmensurabilidad o estudiar el efecto *ratchet* superconductor en ausencia de orden en la red de vórtices. Gracias a estos potenciales variables también ha sido posible estudiar el efecto de fuerzas repulsivas adicionales que alteran el mapa de fases de la red de vórtices o el estudio del movimiento de los vórtices en presencia de barreras de superficie generadas por nanoestructuras superconductoras a través de medidas de magnetotransporte.

Para ello se han empleado dos superconductores convencionales de Tipo II, Nb y V, en forma de lámina delgada sobre distintos tipos de nanoestructuras. Cada capítulo corresponde a un sistema formado por uno de estos dos superconductores y un *array* nanoestructurado fabricado de un material diferente.

La tesis está organizada de la siguiente manera:

- **Capítulo 1:** Contiene una introducción a la superconductividad, la teoría de Ginzburg – Landau y la dinámica de vórtices en superconductores Tipo II.
- **Capítulo 2:** Descripción de las técnicas experimentales empleadas para fabricar y caracterizar las distintas muestras que han sido estudiadas a lo largo de esta tesis.
- **Capítulo 3:** En este capítulo se estudia el efecto de conmensurabilidad de los vórtices en una situación en la que coexisten dos potenciales de anclaje: uno generado por la corrugación en el superconductor, introducida por los defectos, y un segundo potencial producido por el campo de fugas de los dominios magnéticos dentro de cada defecto. La muestra fabricada para este capítulo consiste en una lámina delgada de Nb depositada sobre un *array* cuadrado de triángulos fabricados de NdCo₅, una aleación amorfa con débil anisotropía fuera del plano cuya estructura de dominios depende del estado de remanencia en el que se encuentre.
- **Capítulo 4:** Estudio de la interacción de la red de vórtices con un sistema magnético frustrado de tipo pseudo *spin – ice*. La muestra consiste en una lámina delgada de Nb depositada sobre un *array* de Cobalto (Co) con geometría de panal de abeja o *honeycomb*. En función de la dirección del campo magnético en el plano, el estado de remanencia del *array* da lugar a un potencial de anclaje ordenado o desordenado.

- **Capítulo 5:** Este capítulo trata sobre la interacción en la nanoescala entre dos superconductores Tipo II. En concreto, la muestra fabricada consiste en una lámina delgada de V depositada sobre un *array* cuadrado de triángulos de Nb. En vez de anclarlos, el potencial creado por las islas superconductoras de Nb expulsa los vórtices hacia las zonas intersticiales, alterando el efecto de conmensurabilidad y la física de la red de vórtices. Además, el tamaño mesoscópico de los triángulos superconductores da lugar a efectos histeréticos en la dinámica de vórtices, debido al flujo magnético que queda atrapado en ellos.

Bibliografía

- [1] H. K. Onnes, "Further experiments with Liquid Helium: G. On the Electrical Resistance of Pure Metals, Etc. VI. On the Sudden Change in the Rate at which the Resistance of Mercury", *KNAW, Proc.* **14 II**, 818 (1911).
- [2] W. Meissner and R. Ochsenfeld, "Ein neuer Effekt bei Eintritt der Supraleitfähigkeit", *Naturwissenschaften* **21**, 787 (1933).
- [3] F. London and H. London, "The electromagnetic equations of the supraconductor", *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* **149**, 886 (1935).
- [4] J. N. Rjabinin and L. W. Shubnikow, "Magnetic Properties and Critical Currents of Supraconducting Alloys", *Nature* **135**, 581 (1935).
- [5] V. L. Ginzburg and L. D. Landau, "On the theory of superconductivity", *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* **20**, 1064 (1950); traducido en: *Collect. Pap. L.D. Landau* **1**, 546 (1965).
- [6] L. D. Landau, "On the theory of phase transitions", *Collect. Pap. L.D. Landau* **1**, 234 (1965).
- [7] A. A. Abrikosov, "On the Magnetic Properties of Superconductors of the Second Group", *Sov. Phys. JETP* **5**, 1174 (1957).
- [8] M. Tinkham, "Introduction to superconductivity", 2nd ed., Dover (2006), pp. 127 - 128.
- [9] B. S. Deaver and W. M. Fairbank, "Experimental evidence for quantized flux in superconducting cylinders", *Phys. Rev. Lett.* **7**, 43 (1961).
- [10] N. Byers and C. N. Yang, "Theoretical considerations concerning quantized magnetic flux in superconducting cylinders", *Phys. Rev. Lett.* **7**, 46 (1961).
- [11] U. Essmann and H. Träuble, "The direct observation of individual flux lines in type II superconductors", *Phys. Lett.* **24A**, 526 (1967).
- [12] H. F. Hess, R. B. Robinson, R. C. Dynes, J. M. Valles Jr. And J. V. Waszczak, "Scanning-Tunneling-Microscope Observation of the Abrikosov Flux Lattice and the Density of States near and inside a Fluxoid", *Phys. Rev. Lett.* **62**, 214 (1989).
- [13] K. Harada, O. Kamimura, H. Kasai, T. Matsuda, A. Tonomura and V. V. Moschalkov, "Direct Observation of Vortex Dynamics in Superconducting Films with Regular Arrays of Defects", *Science* **274**, 1167 (1996).
- [14] A. Oral, S. J. Bending, R. G. Humphreys and M. Henini, "Microscopic measurement of penetration depth in YBa₂Cu₃O_{7- δ} thin films by scanning Hall probe microscopy", *Supercond. Sci. Technol.* **10**, 17 (1997).
- [15] I. Guillamón, H. Suderow, A. Fernández-Pacheco, J. Sesé, R. Córdoba, J. M. De Teresa, M. R. Ibarra and S. Viera, "Direct observation of melting in a two-dimensional superconducting vortex lattice", *Nat. Phys.* **5**, 651 (2009).

- [16] A. M. Campbell and J. E. Evetts, "Flux vortices and transport currents in type II superconductors", *Adv. Phys.* **21**, 199 (1972).
- [17] T. L. Hylton and M. R. Beasley, "Flux-pinning mechanisms in thin films of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ ", *Phys. Rev. B* **41**, 11669 (1990).
- [18] J. Bardeen, L. N. Cooper and J. R. Schrieffer, "The microscopic theory of superconductivity", *Phys. Rev.* **106**, 162 (1957).
- [19] J. Bardeen, L. N. Cooper and J. R. Schrieffer, "Theory of Superconductivity", *Phys. Rev.* **108**, 5 1175 (1957).
- [20] L. P. Gor'kov, "Microscopic derivation of the Ginzburg - Landau equations in the theory of superconductivity", *Sov. Phys. JETP* **36**, 1364 (1959).
- [21] J. G. Bednorz and K. A. Müller, "Possible High T_c Superconductivity in the Ba - La - Cu - O System", *Zeitschrift für Phys. B Condens. Matter* **64**, 189 (1986).
- [22] Q. Si, R. Yu and E. Abrahams, "High - temperature superconductivity in iron pnictides and chalcogenides", *Nat. Rev. Mat.* **2**, April (2016).
- [23] R. Joynt and L. Taillefer, "The superconducting phases of UPt_3 ", *Rev. Mod. Phys.* **74**, January (2002).
- [24] V. Buntar and H. W. Weber, "Magnetic properties of fullerene superconductors", *Supercond. Sci. Technol.* **9**, 615 (1996).
- [25] Y. Cao, V. Fatemi, S. Fang, K. Watanabe, T. Taniguchi, E. Kaxiras and P. Jarillo-Herrero, "Unconventional superconductivity in magic - angle graphene superlattices", *Nature* **556**, 43 (2018).
- [26] A. J. Leggett, "What DO we know about high T_c ?", *Nat. Phys.* **2**, 134 (2006).
- [27] P. W. Anderson, "Theory of flux creep in hard superconductors", *Phys. Rev. Lett.* **9**, 309 (1962).
- [28] A. M. Campbell, J. E. Evetts and D. Dew-Hughes, "Pinning of Flux Vortices in Type II Superconductors", *Philos. Mag.* **18**, 313 (1968).
- [29] M. Baert, V. V. Metlushko, R. Jonckheere, V. V. Moshchalkov and Y. Bruynseade, "Composite Flux-Line Lattices stabilized in Superconducting Films by a Regular Array of Artificial Defects", *Phys. Rev. Lett.* **74**, 3269 (1995).
- [30] J. I. Martín, M. Vélez, J. Nogués and I. K. Schuller, "Flux Pinning in a Superconductor by an Array of Submicrometer Magnetic Dots", *Phys. Rev. Lett.* **79**, 1929 (1997).
- [31] J. I. Martín, M. Vélez, A. Hoffmann, I. K. Schuller and J. L. Vicent, "Artificially Induced Reconfiguration of the Vortex Lattice by Arrays of Magnetic Dots", *Phys. Rev. Lett.* **83**, 1022 (1999).
- [32] M. F. Laguna, C. A. Balseiro and D. Domínguez, "Vortex structure and dynamics in kagomé and triangular pinning potentials", *Phys. Rev. B* **64**, 104505 (2001).

- [33] D. Perez de Lara, A. Alija, E. M. Gonzalez, M. Velez, J. I. Martin and J. L. Vicent, “Vortex ratchet reversal at fractional matching fields in kagomélike array with symmetric pinning centers”, *Phys. Rev. B* **82**, 174503 (2010).
- [34] T. C. Wu, J. C. Wang, Lance Horng, J. C. Wu and T. J. Yang, “Temperature dependence of vortex configuration by honeycomb hole arrays in a superconducting Nb film”, *J. Appl. Phys.* **97**, 10B102 (2005).
- [35] S. Raedts, A. V. Silhanek, M. J. Van Bael and V. V. Moshchalkov, “Flux-pinning properties of superconducting films with arrays of blind holes”, *Phys. Rev. B* **70**, 024509 (2004).
- [36] J. Del Valle, A. Gomez, E. M. Gonzalez, M. R. Osorio, F. Galvez, D. Granados and J. L. Vicent, “Experimental realization of smectic phase in vortex matter induced by symmetric potentials arranged in two-fold symmetry arrays”, *New J. Phys.* **17**, 093022 (2015).
- [37] A. V. Silhanek, W. Gillijns, V. V. Moshchalkov, B. Y. Zhu, J. Moonens and L. H. A. Leunissen, “Enhanced pinning and proliferation of matching effects in a superconducting film with a Penrose array of magnetic dots”, *Appl. Phys. Lett.* **89**, 152507 (2006).
- [38] A. V. Silhanek, L. Van Look, S. Raedts, R. Jonckheere and V. V. Moshchalkov, “Guided vortex motion in superconductors with a square antidot array”, *Phys. Rev. B* **68**, 214504 (2003).
- [39] M. Baert, V. V. Metlushko, R. Jonckheere, V. V. Moshchalkov and Y. Bruynseraede, “Flux phases and quantized pinning force in superconductor with a periodic lattice of pinning centres”, *Europhys. Lett.* **29**, 157 (1995).
- [40] A. Belkin, V. Novosad, M. Iavarone, J. Pearson and G. Karapetrov, “Superconductor/ferromagnet bilayers: Influence of magnetic domain structure on vortex dynamics”, *Phys. Rev. B* **77**, 180506(R) (2008).
- [41] A. Castellanos, R. Wördenweber, G. Ockenfuss, A. v. d. Hart and K. Keck, “Preparation of regular arrays of antidots in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ thin films and observation of vortex lattice matching effects”, *Appl. Phys. Lett.* **71**, 962 (1997).
- [42] C. S. Lee, B. Jankó, I. Derényi and A. L. Barabási, “Reducing vortex density in superconductors using the ‘ratchet effect’”, *Nature* **400**, 337 (1999).
- [43] J. E. Villegas, S. Savel’ev, F. Nori, E. M. Gonzalez, J. V. Anguita, R. Garcia and J. L. Vicent, “A Superconducting Reversible Rectifier That Controls the Motion of Magnetic Flux Quanta”, *Science* **302**, 1188 (2003).

2

TÉCNICAS EXPERIMENTALES

2.1 INTRODUCCIÓN

Con el objetivo de estudiar la dinámica de vórtices superconductores y su interacción con defectos artificiales nanoestructurados de distintos tipos, en esta tesis se han estudiado sistemas que consisten en una película superconductora depositada sobre un array de nanoestructuras fabricadas de material magnético o de material superconductor. En general, podemos distinguir dos etapas claramente diferenciadas:

1. Fabricación
2. Caracterización

A lo largo de la primera parte de este capítulo se describen las técnicas de nano- y microfabricación empleadas, destacando la litografía por haz de electrones, la litografía óptica o la pulverización catódica de tipo magnetrón (DC *sputtering*). En la segunda mitad del capítulo, se explican las técnicas de caracterización, fundamentalmente técnicas de magnetotransporte a temperaturas criogénicas en un criostato comercial de He líquido, mediante las cuales se han estudiado estos sistemas híbridos.

2.2 TÉCNICAS DE FABRICACIÓN

En líneas generales, todos los sistemas híbridos han sido fabricados siguiendo el mismo proceso. Este proceso se puede dividir en tres grandes pasos: primero, fabricación de un array de nanoestructuras; segundo, la deposición de la película delgada superconductora sobre estas nanoestructuras; tercero, definición de un puente de medida para la caracterización eléctrica, mediante el cual se inyectará

corriente y se medirá voltaje durante la caracterización de la muestra. A continuación, se enumeran y describen brevemente los pasos que integran el proceso de fabricación. En la figura 2.1 se muestra un esquema de los cinco primeros pasos del proceso de fabricación. Más adelante se dará una descripción detallada de cada una de las técnicas que intervienen en el proceso.

1. Las muestras han sido crecidas sobre sustratos de silicio. Para evitar la presencia de impurezas o partículas que pudiesen dañar las estructuras que posteriormente van a ser crecidas, los sustratos han sido limpiados en un baño de acetona en ultrasonidos. Los restos de acetona son eliminados con isopropanol, que es secado mediante N_2 .
2. Una vez limpios los sustratos, mediante un *spin coater*, se deposita sobre ellos una capa de resina sensible al haz de electrones. Esta resina se cura sobre una placa calefactora con el objetivo de evaporar los disolventes que incorpora.
3. Los sustratos son introducidos en un microscopio SEM con capacidad para hacer litografía por haz de electrones (EBL), con el objetivo de definir los *arrays* de nanoestructuras. Aquellas zonas de la resina que han sido expuestas son solubles en un líquido revelador. Tras un minuto en dicho revelador, en la resina quedan huecos con la forma de las nanoestructuras.
4. La muestra es entonces introducida en una campana de vacío donde se depositarán, mediante pulverización catódica de tipo magnetrón (*DC sputtering*), el material con el que se quiere crecer la nanoestructura. Una fina lámina de este material es depositada sobre la resina, quedando los huecos rellenos por dicho material. Una vez fuera de la campana de vacío, la muestra se introduce en acetona. La acetona disuelve la resina, levantándose la lámina de metal depositada sobre ella (*lift off*). Tras limpiar la muestra con isopropanol, quedan sobre el sustrato las nanoestructuras que a continuación serán cubiertas por una lámina delgada de material superconductor. Las nanoestructuras son examinadas en el mismo microscopio SEM en el que se hizo la litografía.
5. La muestra se introduce por segunda vez en una campana de vacío con una presión base de 5×10^{-8} torr para depositar la película superconductora mediante *DC sputtering*. En esta tesis las películas delgadas tienen un espesor de 100 nm, siendo de Nb o V en función del sistema híbrido a estudiar. Una vez se tiene el sistema híbrido fabricado, sólo resta definir un puente de medida sobre esta lámina superconductora.
6. Usando otra vez el *spin coater*, se extiende una capa de resina sensible a la luz ultravioleta (UV). La resina es curada sobre una placa calefactora durante un minuto.
7. Sobre esta resina se define el patrón del puente de medida. Las zonas de la resina expuestas a la luz ultravioleta son solubles en revelador. Tras un minuto en revelador se obtiene una capa de resina con la forma del puente de medida sobre la lámina de material superconductor.

8. La muestra, con el puente de medida definido en la resina, es sometida a un ataque para eliminar el material superconductor de las zonas que han quedado descubiertas al finalizar el paso anterior. En esta tesis se han empleado dos métodos de ataque para eliminar el material superconductor.
 - Para láminas delgadas de Nb, se ha empleado un ataque reactivo por haz de iones (RIE) en una atmósfera de 50 mTorr de SF_6 y Ar en una proporción 2:1. Tras el ataque, los 100 nm de Nb han sido eliminados en las zonas no protegidas por la resina.
 - Cuando la lámina delgada ha sido de V, el ataque RIE se extendía demasiado tiempo. La resina acababa quemándose y era imposible eliminarla posteriormente. Por ello se optó por un ataque químico.

Una vez se ha atacado la muestra, la resina es eliminada con acetona e isopropanol.

9. Con el puente de medida ya definido sobre la lámina delgada, el último paso es contactar la muestra al portamuestras. Esto se ha hecho mediante soldadura de indio o pintura de plata, cables de cobre y pines de contacto eléctrico.

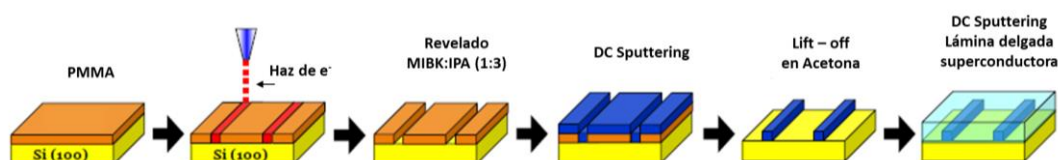


FIGURA 2.1 Esquema del proceso de fabricación de una muestra con un array de defectos bajo una lámina delgada superconductora. El esquema corresponde a los pasos del 1 al 5 en el proceso de fabricación.

2.2.1 Litografía por haz de electrones (EBL)

Para la fabricación de las estructuras nanométricas, se ha utilizado el equipo EBL Raith 50 del CAI de Técnicas Físicas de la UCM, que se muestra en la figura 2.2(A), y el equipo Carl Zeiss – AURIGA (Field Emission) de la sala blanca de IMDEA Nanociencia, mostrado en la figura 2.2(B).

Debido al tamaño nanométrico de las estructuras con las que se han fabricado las muestras híbridas, la litografía por haz de electrones o EBL ha sido la herramienta ideal para cubrir esta parte de la fabricación. Las nanoestructuras han sido definidas por lo general en arrays de $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$, que corresponde al tamaño del campo de escritura o *writefield* utilizado en la exposición de la resina con el haz de electrones. El *writefield* es el área máxima en la que el sistema puede desviar el haz de electrones sin necesidad de mover la muestra. La principal limitación de esta técnica se pone de manifiesto a la hora de definir áreas grandes de nanoestructuras. Esto se debe a que, para las lentes electromagnéticas del equipo, solo es posible desviar el haz de electrones ángulos pequeños. Si se

requiere definir un área extensa, es necesario mover el *holder* o *stage* donde se encuentra la muestra. En los equipos empleados en esta tesis, este desplazamiento no es tan preciso como lo es la acción de desviar el haz de electrones. Como consecuencia, al definir áreas grandes puede darse la superposición entre unas nanoestructuras y otras o la presencia de discontinuidades en el array. Esto se conoce como *stitching*. El *stitching* representa un problema a la hora de definir áreas grandes de nanoestructuras. Precisamente, para uno de los sistemas híbridos de esta tesis fue necesario exponer áreas de 2 mm x 2 mm de triángulos nanométricos superconductores, con el objetivo de poder medir la temperatura crítica en SQUID tras la deposición por *DC sputtering*.

Como se ha explicado antes brevemente, para el proceso de litografía se extiende primero, mediante un *spin coater*, una fina capa de resina electrónica positiva (MicroChem 950 PMMA A4) sobre el sustrato de silicio. Para ello se emplea una velocidad de giro de 5000 rpm durante un minuto. Inmediatamente después, se cura la resina sobre una placa calefactora a 180 C un minuto, tiempo durante el cual se evaporará el disolvente de la resina. Una inspección visual nos sirve para saber si la resina se ha extendido uniformemente o no. En caso de ver distintos colores o indicios de algún resto indeseado en la capa de resina, se limpia el sustrato con acetona e isopropanol para volver a iniciar el proceso. El sustrato, ya cubierto de resina, se introduce en el equipo de litografía para proceder a la exposición con el haz de electrones.

Antes de exponer la resina, el haz de electrones debe ser optimizado con el objetivo de obtener la máxima resolución posible. Esto significa que, aparte de enfocar, se debe centrar la apertura con respecto al haz de electrones y corregir el astigmatismo. El proceso es iterativo. Una vez se ha enfocado el haz, se procede a centrar la apertura y a corregir el astigmatismo, corrigiendo la forma del mismo. Una vez hecho esto, se enfoca de nuevo, ganando en resolución. El astigmatismo puede ser corregido de forma similar al proceso de enfoque. Podemos centrarnos en una partícula con un tamaño de en torno a una micra y variar los valores X e Y de astigmatismo hasta que consideremos que la imagen es lo más nítida posible. Para centrar la apertura, el microscopio SEM dispone de un modo de *focus wobble*. En este modo, el microscopio enfoca y desenfoca la imagen de forma rápida y periódica. Si la apertura está centrada con respecto al haz, la imagen no se desplazará lateralmente durante el proceso de enfoque/desenfoque. En cambio, si hubiese un desplazamiento, se corrige la posición de la apertura hasta ver un buen comportamiento de la imagen en el modo *focus wobble*. A la hora de centrar la apertura, es conveniente tener en imagen una partícula claramente identificable con respecto a la resina y en una escala de 1 μm a 5 μm . Por último, se procede a ejecutar procesos manuales y automáticos de *writefield alignment*. Estos procesos calibran con precisión la deflexión del haz.

La exposición de la resina se realiza con una corriente de haz de 50 pA y un voltaje acelerador de 15 kV. La dosis por unidad de área que se ha utilizado en todas las exposiciones de esta tesis varía entre 150 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ y 200 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$. La corriente del haz y la dosis por unidad de área son valores cruciales en el proceso de litografía, ya que determinan el valor del *dwell time*; es decir, el tiempo que el haz está exponiendo cada pixel del diseño digitalizado. El proceso de exposición se ejecuta siempre a una magnificación de 500X y una distancia de trabajo de 10 mm. Normalmente se efectúa la exposición de varios *arrays* de 100 μm x 100 μm con diferentes dosis, para poder seleccionar el más apropiado sobre el que definir el puente de medida tras depositar la lámina delgada de material superconductor.

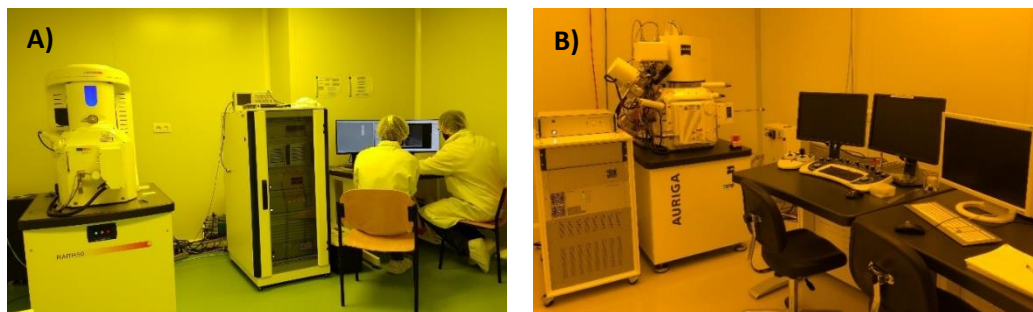


FIGURA 2.2 A) Equipo Raith 50 del CAI de Técnicas Físicas de la UCM. A la izquierda la unidad de litografía. A la derecha los equipos de control. **B)** Equipo Carl Zeiss – AURIGA de IMDEA Nanociencia. A la izquierda la unidad de litografía. A la derecha los equipos de control.

Tras un minuto de revelado en MIBK (Metil IsoButil Keton) : isopropanol (1:3), las zonas previamente expuestas al haz de electrones se disuelven, quedando huecos con la forma de las nanoestructuras y en los que posteriormente se depositará el material correspondiente mediante *DC sputtering*.

2.2.2 Pulverización catódica de tipo magnetrón (*DC sputtering*)

Las láminas delgadas superconductoras, así como las nanoestructuras encerradas por éstas ya sean de material magnético o de material superconductor, han sido depositadas mediante pulverización catódica de tipo magnetrón o *DC sputtering*. Esta técnica consiste en arrancar átomos de un blanco del material situado en el propio magnetrón. Esto se consigue mediante el intercambio de momento entre iones de plasma y el blanco de material.

En particular, los materiales superconductores y los materiales magnéticos han sido depositados en la cámara principal del equipo comercial Microscience, mostrado en la figura 2.3(A), en el Laboratorio de superconductividad y películas delgadas de la UCM. Para la deposición de materiales superconductores también se ha utilizado el equipo comercial AJA de la sala blanca de IMDEA Nanociencia, mostrado en la figura 2.3(B). Ambos sistemas consisten en una cámara principal, con una presión base en torno a 10^{-8} Torr, y una precámara a través de la cual se transfiere el portasustratos a la cámara principal. La presión en la cámara se conoce gracias un medidor Bayard – Alpert instalado en ella, y es un valor crucial para el crecimiento de láminas delgadas superconductoras de alta pureza. Ambas cámaras están equipadas con su propia bomba turbomolecular, asistida cada una por una bomba rotatoria que extrae atmósfera de la parte trasera de la bomba turbomolecular. En ambos equipos, la cámara principal tiene instalados cuatro magnetrones, todos refrigerados por agua y cada uno con un blanco diferente.

Una vez introducido el portasustratos en la cámara principal, esta llenada con gas Ar. Las presiones típicas de Ar que se manejan durante el crecimiento están entre 1 mTorr y 100 mTorr. Mediante una fuente de corriente conectada a un cátodo se establece una gran diferencia de potencial negativo entre dicho cátodo, sobre el que está situado el blanco de material, y el sustrato donde se depositará la película delgada. El campo eléctrico es el responsable de ionizar el Ar, iniciando el plasma, así como de acelerar los iones de Ar^+ contra el blanco de material. Los átomos del blanco son arrancados durante estas colisiones y van impactando contra el sustrato donde irá creciendo la película de

material. A bajas presiones, el recorrido libre medio entre colisiones es alto y la eficiencia de ionización es baja, por lo que el plasma no puede ser sostenido por debajo de unos 5 mTorr. Esta dificultad es paliada gracias al uso del magnetrón. La clave de la pulverización catódica de tipo magnetrón consiste en utilizar un conjunto de imanes situado en el cátodo, que en este caso es el propio magnetrón, para acumular carga (electrones e iones de Ar^+) en la zona que rodea al blanco de material. Esto propicia mayores corrientes a presiones de Ar bajas y por tanto tasas de deposición más altas. A medida que la presión de Ar sube, se obtiene un recorrido libre medio más corto, hay una mayor proporción de átomos de Ar ionizados y se obtienen mayores tasas de deposición. Por otro lado, a presiones lo suficientemente altas la tasa de deposición también decrece debido a procesos de *scattering* entre los átomos de material y los iones de Ar^+ .

La tasa de deposición es el ritmo al cual va creciendo la película delgada. Típicamente, los superconductores crecidos en esta tesis tienen una tasa de deposición alta, de unos 2.8 \AA/s , con el objetivo de obtener buenas temperaturas críticas. La tasa de deposición depende de la potencia aplicada con la fuente, de la corriente de carga, y es inversamente proporcional a la distancia entre el blanco y el sustrato. Un buen ajuste de los distintos parámetros de *sputtering* es necesario si se desean obtener láminas delgadas superconductores con una buena temperatura crítica. En concreto, el Nb es crecido a una presión de Ar de 10 mTorr y una potencia de 75 W.

Debido a que también se crecen materiales magnéticos en el sistema Microscience, antes de cada crecimiento de materiales superconductores se llevan a cabo varios procesos de *presputtering* de Nb. El motivo es doble: por un lado, cubrir el porta-sustratos con material superconductor, mientras que también sirve para mejorar el vacío de la cámara, gracias a que el Nb actúa de *getter*. Esta mejora del vacío se debe a que las bombas turbomoleculares son más eficientes evacuando átomos pesados. Al inundar la cámara de átomos de Nb durante el *presputtering*, estos se enlazan a las moléculas que pudiese haber aún en la campana. Con esto, la bomba turbomolecular es más eficiente, llevándose las moléculas que pudiesen quedar en la cámara. Gracias al proceso de *presputtering* con Nb, se han conseguido mejoras en el vacío de casi un orden de magnitud.

Por otro lado, el Cu del que están fabricadas algunas de las nanoestructuras, ha sido depositado en el equipo AJA del Laboratorio de superconductividad y películas delgadas de la UCM. La cámara de este equipo tiene un vacío base de en torno a $5 \cdot 10^{-7}$ Torr, siendo posible bajar hasta $2 \cdot 10^{-8}$ Torr si se hace circular nitrógeno líquido por un dedo frío. Con el objetivo facilitar el *lift off* después de la deposición de las nanoestructuras, en esta campana AJA los materiales se crecen con una presión de Ar de 2 mTorr y una potencia de 30 W.

2.2.3 Litografía Óptica

En esta tesis la litografía óptica se ha utilizado para definir el puente de medida que posteriormente permitirá realizar medidas de magnetotransporte para la caracterización eléctrica de las muestras. Para ello, se han utilizado dos equipos de litografía óptica: el equipo alineador de máscaras Karl Suss del CAI de Técnicas Físicas de la UCM, mostrado en la figura 2.4(A), y el *laser writer* Heidelberg DWL66fs de la sala blanca de IMDEA Nanociencia, mostrado en la figura 2.4(B).

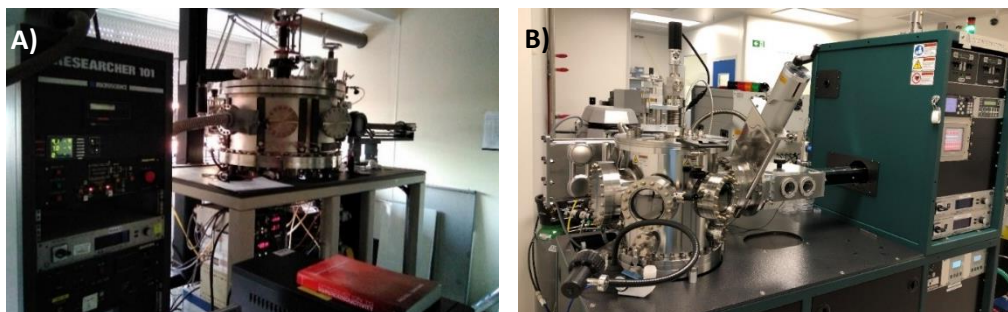


FIGURA 2.3 A) Equipo comercial de *sputtering* Microscience antes de depositar. Ambos equipos son del Laboratorio de superconductividad y películas delgadas de la UCM. B) Equipo de *sputtering* AJA.

Como se muestra esquemáticamente en la figura 2.5, la técnica consiste en transferir un patrón o diseño, ya sea a partir de una máscara de cromo o de un diseño digital, a una fotorresina mediante la irradiación con luz UV. En esta tesis se han utilizado siempre fotorresinas positivas, por lo que las zonas irradiadas serán eliminadas en un líquido revelador. Tras un minuto en dicho revelador, sobre la lámina delgada de material superconductor queda la resina con la forma del puente de medida.

El alineador de máscaras Karl Suss consiste en un *stage* móvil conectado a un microscopio y a una lámpara de mercurio refrigerada mediante aire seco. En este *set up* la resina utilizada es la Microchem S1813, que está optimizada para exposiciones a longitudes de onda de 435.8 nm; es decir, la banda de G del espectro de emisión del mercurio. Esta resina se extiende sobre la película delgada superconductora en un *spin coater* a una velocidad de giro de 4000 rpm durante un minuto. Acto seguido la muestra es depositada sobre una placa calefactora a 115 C durante otro minuto para curar la resina. Tras esto, el espesor típico de la capa de resina está en torno a 1.3 μm .

Alineador de máscaras

La muestra cubierta de resina se coloca sobre en el alineador de máscaras. Una línea de vacío conectada a dicho *stage* asegura que la muestra permanezca quieta durante el proceso. Sobre la muestra se sitúa una máscara de cromo definida sobre cristal, la cual es el diseño en negativo del puente de medida que se quiere definir en la resina; es decir, las zonas de la resina cubiertas con cromo serán aquellas que no serán eliminadas en el líquido revelador. Mediante un microscopio acoplado al equipo, es posible alinear la máscara con respecto a la muestra, procurando que el centro del puente de medida coincida sobre el *array* de nanoestructuras previamente fabricado. Una vez alineadas muestra y máscara, se ponen en contacto muestra y máscara. Esto se hace mediante a un tornillo micrométrico que permite aproximar la muestra a la máscara con precisión, hasta que la sombra producida por la máscara sobre la resina desaparece. Es ahora cuando se procede a la exposición mediante luz UV. El alineador posee una lámpara de mercurio refrigerada mediante aire seco que emite en la longitud de onda de los 435.8 nm. Es importante que la lámpara haya sido encendida al menos un cuarto de hora antes de la exposición. El modo *exposure* del alineador sitúa la lámpara directamente sobre la máscara y la muestra. Para las muestras fabricadas en esta tesis, tras cuatro segundos de exposición a la luz UV el alineador retira automáticamente la lámpara. Por último, la muestra ya expuesta se sumerge en revelador MF-319 durante un minuto. Tras el revelado,

la muestra es limpiada con agua destilada. Las zonas expuestas a la luz UV son eliminadas, quedando transferido en la resina el patrón del puente de medida.

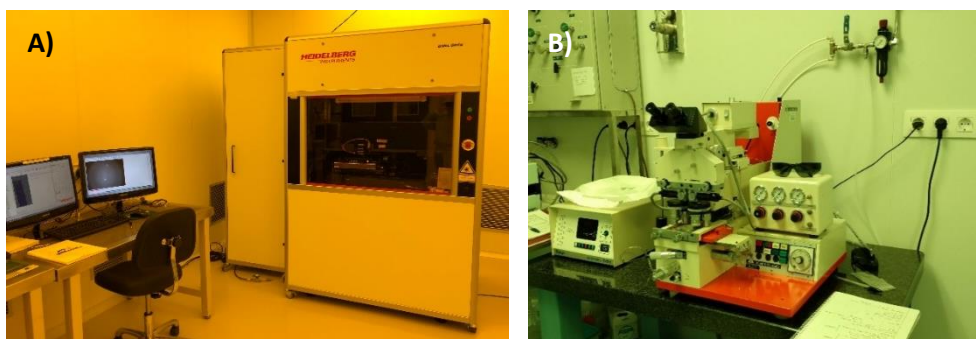


FIGURA 2.4 A) Equipo *laser writer* Heidelberg DWL66fs de la sala blanca de IMDEA Nanociencia. **B)** Alineador de máscaras Karl Suss del CAI de técnicas físicas de la UCM.

Fotolitografía sin máscara

El *laser writer* Heidelberg DWL66fs está formado principalmente por un *stage* móvil y un láser ultravioleta. En este caso, el *stage* y el láser actúan conjuntamente para irradiar la resina línea a línea, reproduciendo un diseño digital que ha sido realizado previamente en AutoCAD y CleWin3. El proceso de exposición también puede ser optimizado variando la intensidad del láser. Esto se consigue colocando filtros y un modulador acustoóptico en el camino óptico que recorre el haz antes de incidir en la muestra. La potencia del láser UV también puede ser controlada por software. Además, el software del equipo permite la definición de coordenadas sobre la muestra, lo que facilita la precisión en el alineado con el *array* de nanoestructuras fabricado.

En este caso, la resina utilizada es la MircoChem AZ1512HS. Esta se extiende sobre la muestra a una velocidad de giro de 5000 rpm durante un minuto. Con la resina ya extendida, el disolvente es evaporado en una placa calefactora a 90 C durante un minuto. Una vez se han disuelto los disolventes de la resina, la muestra es colocada en el *stage* del Heidelberg. A diferencia del alineador de máscaras, en el cual el enfoque es manual, el *laser writer* utiliza un láser rojo y un material piezoeléctrico en el *stage* para enfocar sobre la resina mediante interferometría. Una vez se ha ejecutado el proceso automático de enfoque es posible ajustar el foco manualmente con el objetivo de optimizar la exposición y conseguir una mayor resolución. El software incorpora un programa de alineado con el que se asigna un origen de coordenadas, normalmente en el centro del *array*, que coincidirá con el origen del diseño digital que se va a exponer. Una vez se ha expuesto la resina, ésta es revelada en una disolución AZ351B:Agua (1:4) durante un minuto. Los restos de revelador se retiran de la resina mediante agua destilada. Tras esto, se procede a la inspección visual de la resina en el microscopio. La figura 2.6 muestra una imagen óptica de la muestra tras el proceso de litografía óptica.

Tras el proceso de litografía óptica, teniendo ya definido el puente de medida en la resina, se procede al ataque de la muestra para eliminar el metal superconductor, Nb o V, de las zonas expuestas.

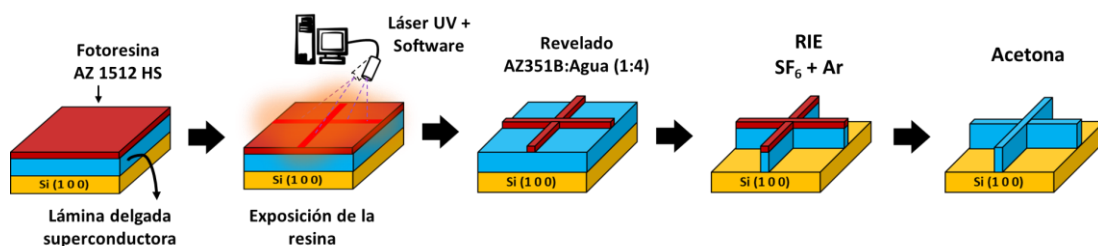


FIGURA 2.5 Esquema del proceso a seguir para definir el puente de medida sobre la lámina delgada superconductora.

2.2.4 Ataque reactivo por haz de iones

El ataque reactivo por haz de iones (RIE) combina reacciones químicas con procesos físicos, con el objetivo de conseguir un ataque altamente anisótropo y de gran precisión. En una cámara de vacío, donde se encuentra la muestra sobre un plato metálico refrigerado y aislado eléctricamente del resto de la campana, se introduce una mezcla de gases inertes elegidos por su reactividad química con el material a atacar. Al aplicarse un campo RF, los gases en la cámara se ionizan, encendiéndose el plasma. Un voltaje DC aplicado al plato metálico acelera los iones de plasma hacia la superficie de la muestra. Las moléculas de gas, ionizadas por el campo RF, reaccionan químicamente con los átomos de material en la superficie de la muestra. En la mezcla de gases también se introduce gas inerte, por ejemplo, Ar, con el objetivo de acelerar sus iones hacia la muestra y romper enlaces, acelerando el ataque y evitando la formación de compuestos intermedios que pasivan la superficie y frenan el proceso de ataque.

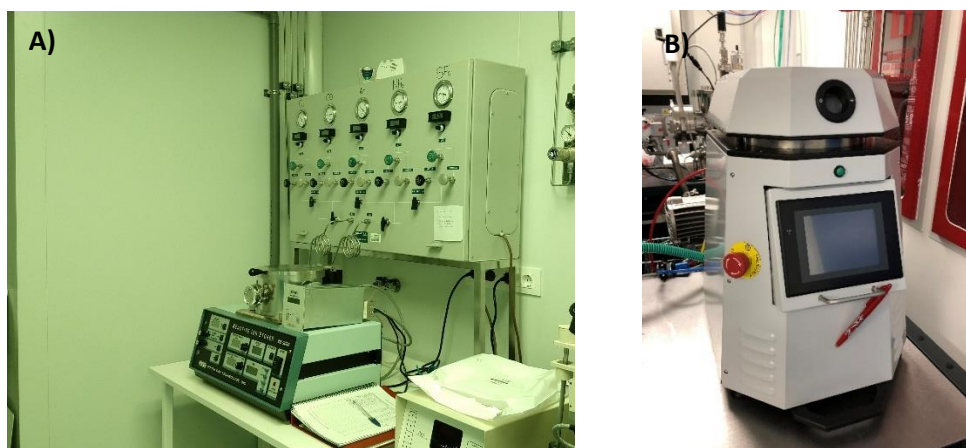


FIGURA 2.6 A) Equipo RIE del CAI de técnicas físicas de la UCM. **B)** Equipo RIE *POD* de la sala blanca de IMDEA Nanociencia.

En esta tesis, el RIE ha sido utilizado para atacar Nb, especialmente reactivo con el hexafluoruro de azufre (SF_6). En concreto, la mezcla de SF_6 y Ar dentro de la campana cumple una relación 2:1. La potencia del campo RF utilizado para atacar el Nb ha sido de 150 W en una atmósfera de SF_6 y Ar a

una presión de 30 mTorr durante 55 segundos. Durante el ataque, el DC Bias, que es el potencial DC aplicado al plato, se mantuvo en torno a 620 V. En cambio, el ataque de vanadio requiere tiempos de ataque mayores. En concreto, los cuatro minutos que se requerían para atacar 100 nm de vanadio acababan quemando la resina. Una vez quemada, la resina es imposible de eliminar, quedando la muestra inservible. Por ello, para las muestras de vanadio se optó un proceso de ataque húmedo o *wet etching*.

2.2.5 Ataque húmedo

Debido a las dificultades para atacar el vanadio, se optó por un ataque por vía húmeda mediante una mezcla de ácido perclórico (HClO_4) con nitrato de cerio y amonio $((\text{NH}_4)_2[\text{Ce}(\text{NO}_3)_6])$. Tras diversas pruebas en las que se fue optimizando el proceso de ataque, al final se optó por una disolución de esta mezcla en agua con una relación 1:2. Además, fue necesario ensanchar las dimensiones de los contactos de voltaje en el diseño del puente de medida, con el objetivo de solventar los problemas de *underetching* en las partes más finas del diseño. Esto se debe a que el ataque químico por vía húmeda, a diferencia del RIE, es isótropo. Esto quiere decir que, a medida que se va atacando la superficie de vanadio no protegida por la resina, comienza un ataque lateral en el diseño.

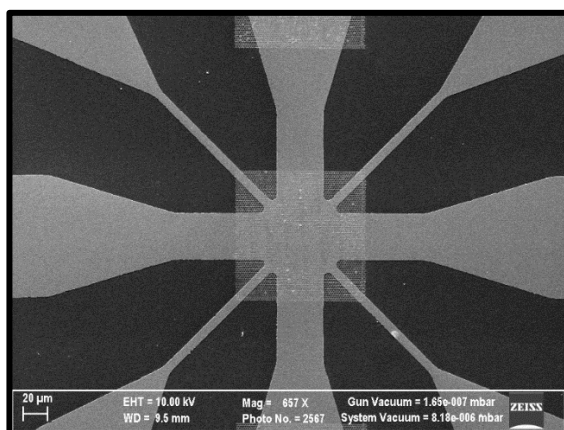


FIGURA 2.7 Imagen SEM de una muestra tras el todo el proceso de fabricación. Los contactos de más anchura, en horizontal y en vertical, sirven para inyectar corriente. Los contactos diagonales sirven para medir voltaje.

2.3 RECUPERACIÓN, PURIFICACIÓN Y LICUEFACCIÓN DE HELIO

Las medidas de esta tesis no habrían sido posibles sin acceso a helio líquido. En IMDEA Nanociencia se dispone de dos licuefactores ATL (*Advanced Technology of Liquefaction*), un sistema de recuperación de helio que recorre todo el edificio, y un purificador ATP (*Advanced Technology of Purification*). En conjunto, conforman la planta de helio de IMDEA Nanociencia; gracias a ella ha sido posible enfriar el criostato de medida hasta temperaturas de helio líquido siempre que se ha necesitado. La figura 2.8 muestra un esquema de la planta de licuefacción de IMDEA Nanociencia.

2.3.1 Recuperación y almacenamiento de helio

Cuando el helio líquido se evapora en los equipos, es guiado hacia un globo de 13 m^3 a través de un sistema de tuberías de recuperación que circulan por todo el edificio. Un compresor se encarga de evacuar el globo, comprimiendo el helio en botellas a las que se les ha quitado la válvula antirretorno, con el objetivo de que sirvan al propósito de almacenar el gas. La misión principal del globo es la de servir de *buffer* para los procesos en los que los equipos evaporen un flujo excesivo de gas, dando tiempo al compresor a hacer su trabajo. Las botellas tienen una capacidad de 200 bar, lo cual equivale a unos 12 litros de helio líquido. En total, la planta de IMDEA Nanociencia dispone de doce botellas de recuperación por lo que tiene la capacidad de almacenar unos 145 litros de helio líquido en estado gaseoso. Además, la planta también dispone de un bloque de botellas con helio ultra puro comercial (99.999% de pureza) que actúa de reserva. El panel de control de presión, con dos entradas y una salida, controla qué sistema de botellas alimenta el sistema. Con el fin de evitar que la presión en las botellas baje de 12 bar, debido que la gran mayoría de las impurezas del He recuperado se acumulan en la parte inferior de las botellas, el panel de control está regulado para pasar, de forma automática, a alimentar el sistema desde el bloque comercial. Por el contrario, si el bloque comercial estuviese por debajo de los 15 bar, sería el bloque de recuperación el que pasaría a alimentar el sistema. Este cambio es automático, permitiendo que la planta funcione con cierta autonomía. También es posible actuar sobre el panel de control de forma manual, por ejemplo, cuando el bloque de recuperación está lleno y el bloque comercial no está por debajo de los 15 bar. La salida del panel de control está a una presión de 12 bar o 15 bar dependiendo de si el sistema está alimentado con el bloque de recuperación o el bloque de reserva. Una vez pasado el panel de control, un manorreductor baja la presión de la línea hasta la presión de trabajo del ATP (3.5 bar o 50 psia).

2.3.2 Purificación de helio

La figura 2.9 muestra el equipo ATP30 encargado de eliminar impurezas del helio gas recuperado de los equipos de medida. Este helio llega al equipo ATP mezclado con impurezas: gases atmosféricos como el N_2 o el O_2 , agua y restos de aceite del compresor o de las bombas que hacen vacío en los equipos, e incluso productos desorbidos en el propio globo y en las líneas de recuperación. Estas son impurezas que, de llegar a los equipos ATL, reducirían la potencia de licuefacción de estos. Por ello, entre la etapa de recuperación y la etapa de licuefacción, el helio pasa por una etapa de purificación.

El ATP purifica el helio mediante criocondensación. La presión de vapor de las impurezas presentes en el helio recuperado, como las moléculas de N_2 y de O_2 , desciende conforme baja la temperatura. Aunque tales impurezas se encuentren en estado sólido por debajo de sus respectivos puntos de fusión, su presión de vapor es distinta de cero. La cantidad de moléculas de N_2 y O_2 en el helio gas se puede considerar despreciable a temperaturas por debajo de 20 K y 24 K respectivamente. En concreto, por debajo de 20K la pureza del helio para todos los tipos de impureza será mayor del 99.9999% (< 1ppm); únicamente el neón y las moléculas de H_2 tienen una presión de vapor no despreciable a esta temperatura. De hecho, el helio no puede ser considerado libre de moléculas de H_2 hasta temperaturas por debajo de los 3K. Estas temperaturas criogénicas, necesarias para purificar completamente el helio, son alcanzadas en el ATP gracias a una cabeza fría. En el caso del ATP de IMDEA Nanociencia, esta cabeza fría tiene potencia suficiente para extraer calor del helio hasta

temperaturas de en torno a 3 K, por lo que la presencia de impurezas de H_2 a la salida del equipo se puede considerar despreciable.

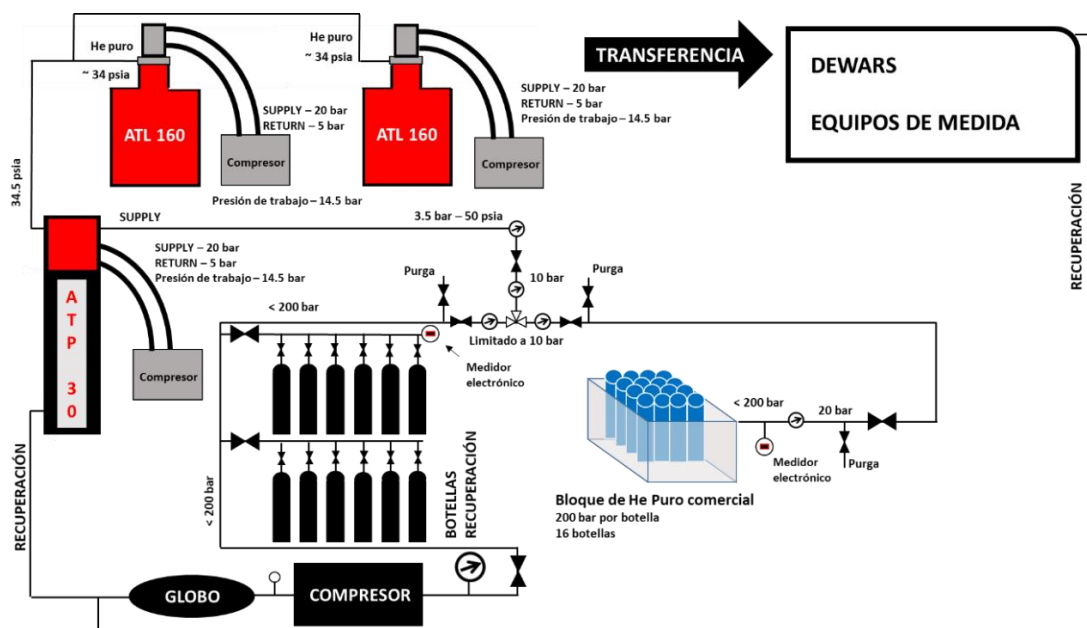


FIGURA 2.8 Esquema de la planta de licuefacción de IMDEA Nanociencia, que comprende un globo de tránsito para el gas recuperado de los equipos, un compresor, botellas de almacenamiento, un purificador ATP30 y dos licuefactores ATL160.

El ATP consiste en una cabeza fría conectada a un *dewar* de 12 L. Dentro del *dewar* hay un cartucho de un material microporoso que sirve para filtrar mecánicamente las impurezas solidificadas. Rodeando a la cabeza fría se encuentra un serpentín por cuyo interior saldrá el helio purificado hacia la superficie.

En el ATP, el helio pasa por varias etapas. El gas sin purificar entra en el equipo a temperatura ambiente. En la entrada intercambia energía en forma de calor con el serpentín por el que circula el helio gas puro que sale del equipo hacia los licuefactores. Este serpentín actúa como intercambiador de calor. De esta forma, es el propio helio puro a baja temperatura que sale del ATP el que enfría el helio que entra desde las botellas de recuperación, mejorando la eficiencia energética del proceso de purificación. Además, la cabeza fría extrae calor del sistema de forma continua. Cuando la temperatura del sistema está en torno a 3 K, es decir el sistema está en estado estacionario, el trabajo que tiene que hacer la cabeza fría para extraer energía del helio que entra en el ATP es minimizado. Gracias al intercambiador de calor, la cabeza fría dispone de potencia para sostener flujos de helio altos, así como para hacer frente a las impurezas que se pegan a su superficie, que al final acaban funcionando como una impedancia para el flujo de calor.

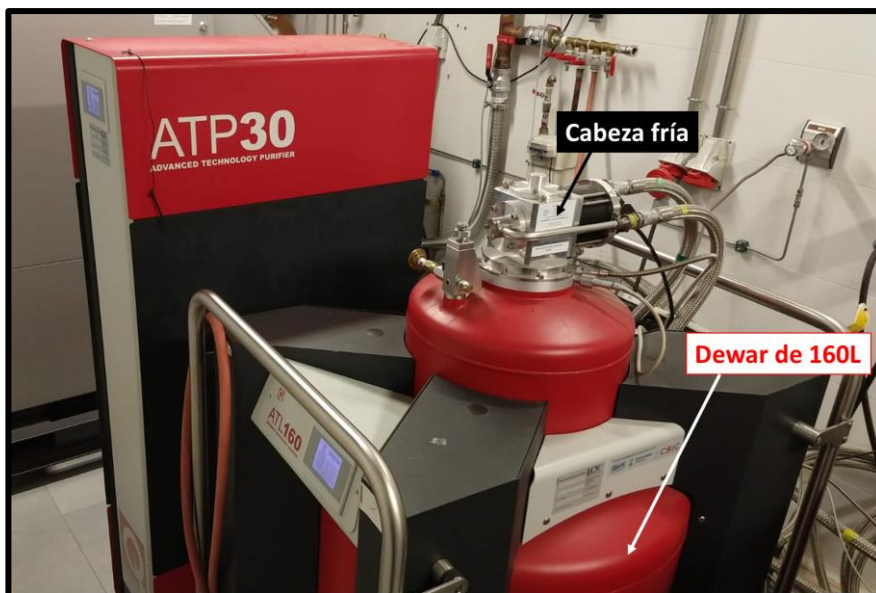


FIGURA 2.9 A la izquierda, el equipo ATP30 encargado de purificar el helio gas recuperado de los equipos que está almacenado en las botellas. A la derecha, uno de los dos equipos ATL160 encargados de licuar el helio purificado por el ATP30.

Una vez el helio no purificado llega al fondo del *dewar*, su temperatura se encuentra por debajo de los 5K. Las impurezas como H_2O , CO_2 , O_2 o N_2 se encuentran solidificadas. Gran parte de estas impurezas quedarán congeladas en el interior del *dewar*. Un filtro microporoso se encarga de retirar las impurezas solidificadas más pequeñas, garantizando que todas ellas se queden en el ATP. El helio a baja temperatura es filtrado y sube a través del serpentín hacia la salida. A lo largo del serpentín, el He puro saliente intercambia calor con el He no purificado que entra. La temperatura del He puro aumenta, mientras que la temperatura del He no purificado disminuye.

La acumulación de impurezas congeladas en el cartucho terminará por bloquearlo. Además, conforme se acumulan las horas en funcionamiento, también se forma una capa de impurezas congeladas en torno al serpentín y a la cabeza fría, obstaculizando el intercambio de energía en forma de calor entre el He saliente y el He entrante. Como consecuencia, la eficiencia del ATP disminuye. Por esto, cada cierto tiempo es conveniente ejecutar un protocolo de regeneración que consiste en calentar y vaciar el ATP. Con esto se consigue evaporar las impurezas solidificadas que bloquean el cartucho y que dificultan la transmisión de calor en la zona del serpentín y de la cabeza fría.

Conviene destacar que el equipo ATP de IMDEA Nanociencia está equipado con una cabeza fría Sumitomo Cryocooler RDK-408D2. Esta cabeza fría tiene la potencia suficiente como para bajar a temperaturas de 2.8 K a 2.42 bar (35 psi), que es la presión de trabajo del equipo. Esto quiere decir que este ATP, aparte de purificar, es capaz de almacenar helio.

2.3.3 Licuefacción de helio

La planta de licuefacción de IMDEA Nanociencia dispone de dos equipos ATL160 (Advanced Technology of Liquefaction) como el que se muestra en la figura 2.9. Estos equipos tienen la capacidad de licuar entre 20 L y 30 L diarios. Una vez el helio gas ha sido purificado por el ATP, pasa a los equipos ATL donde es licuado. En esencia, estos equipos consisten en un *dewar* de 160 L equipado con una cabeza fría con la potencia suficiente como para bajar la temperatura del helio hasta licuarlo. Un conjunto de válvulas y sensores, controlados por un software específico, completan el equipo ATL.

Funcionamiento y mantenimiento de una cabeza fría

Una cabeza fría es un dispositivo electromecánico que extrae energía en forma de calor de aquello con lo que está en contacto; disminuye la entalpía de su entorno. Su funcionamiento se basa en la compresión y expansión de un fluido. La licuefacción de helio requiere alcanzar la temperatura de ebullición de este gas; 4.2 K a una presión de 1 atm (100 kPa). Por ello las cabezas frías más utilizadas en criogenia son aquellas que se basan en el ciclo Gifford-McMahon (GM), las cuales pueden llegar a tener potencia suficiente para bajar a temperaturas de incluso 3 K. En la figura 2.9 se puede ver una cabeza fría de tipo GM acoplada a un equipo ATL160. La figura 2.10(A) muestra una cabeza fría fuera del equipo ATL160. La pared de la carcasa está rodeada de gases atmosféricos congelados. Es muy importante tener clara la diferencia entre el helio gas que se encuentra dentro de la cabeza fría, en un circuito cerrado comprendido por la propia cabeza y un compresor, y el helio que se va a licuar, el cual se encuentra fuera de la cabeza fría y en contacto con esta. La figura 2.10(B) muestra el interior de la carcasa, una vez se ha desacoplado de la cabeza fría.

La figura 2.10(C) muestra la cabeza fría desacoplada de su carcasa. En la parte superior de la cabeza se encuentra un motor que mueve una válvula rotativa. Este mecanismo produce variaciones periódicas de presión dentro del volumen de la cabeza fría. La cabeza fría tiene dos conexiones principales, ambas conectadas a un compresor sincronizado con la válvula rotativa. Una conexión a alta presión ($P_H = 20$ bar), en rojo en la imagen, y otra conexión a baja presión ($P_L = 5$ bar), en azul en la imagen. El He gas del circuito cerrado es introducido en el interior de la cabeza fría desde el compresor a través de la conexión de altas presiones y sale a través de la conexión de bajas presiones. La válvula rotativa, conectada al motor, se encarga de abrir y cerrar estas conexiones de forma intermitente.

El motor está conectado a un cilindro de material poroso llamado regenerador o desplazador, el cual también puede verse en la figura 2.10(C). Este material se caracteriza por tener una capacidad calorífica muy alta. Aunque históricamente el material regenerador más utilizado era el plomo, una cabeza fría equipada con este material solo es capaz de alcanzar los 8 K. Las cabezas frías usadas en la licuefacción de helio deben equipar regeneradores hechos con materiales con mayor capacidad calorífica. En concreto, materiales fabricados con tierras raras como el Er_3Ni o el HoCu_2 son excepcionales en este ámbito.

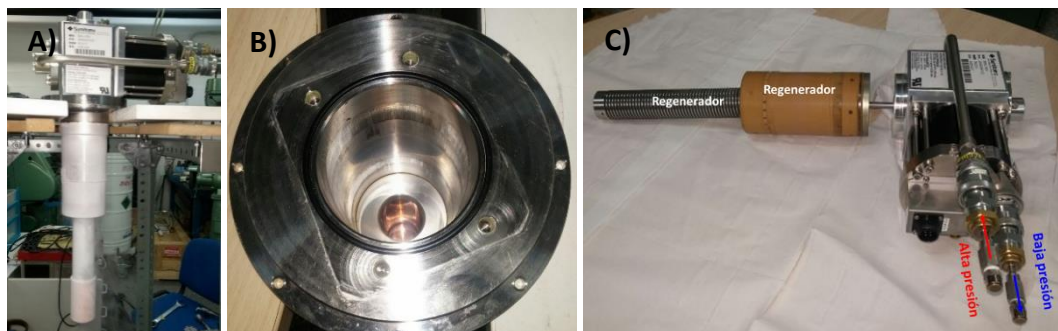


FIGURA 2.10 **A)** Cabeza fría Sumitomo RDK – 415D2 recién extraída de un equipo ATL. Tiene que calentarse hasta temperatura ambiente antes de poder desacoplar la carcasa. **B)** Carcasa de la cabeza fría, una vez desacoplada. **C)** Parte interna de la misma cabeza fría, desacoplada de la carcasa. En rojo se ha indicado la línea de alta presión, y en azul la línea de baja presión.

La figura 2.11 muestra de forma esquemática un ciclo completo de una cabeza fría. En cada ciclo, el regenerador ascenderá y descenderá dentro del volumen de la cabeza fría, desplazando el helio. Este movimiento del regenerador está sincronizado con el movimiento de la válvula rotativa. De esta forma, cuando la conexión a alta presión está abierta, el helio se encuentra en la zona superior del volumen de la cabeza fría, mientras que el cilindro regenerador se encuentra en la zona inferior. Por otro lado, cuando la conexión a baja presión se abre, el helio se encuentra en la zona inferior del volumen, estando el cilindro regenerador en la parte superior. Un ciclo completo de una cabeza fría de tipo GM se puede dividir en cuatro etapas, atendiendo al tipo de proceso termodinámico que ocurre en cada una de ellas:

1. **Compresión isoterma:** en esta etapa el regenerador se encuentra en la parte inferior de la cabeza fría. La válvula rotativa abre la conexión a alta presión, por lo que el helio que hay en el volumen de la cabeza fría sufre una compresión. Figura 2.11(A).
2. **Enfriamiento isobárico:** con la conexión a alta presión abierta, el regenerador se mueve hacia arriba, desplazando el helio hacia la parte baja. Como resultado del desplazamiento del helio a través de sus poros el material regenerador aumenta su temperatura, mientras que el helio la disminuye. Figura 2.11(B).
3. **Expansión isentrópica:** estando el cilindro regenerador en la parte superior y el helio en la parte inferior de la cabeza fría, la conexión a alta presión se encuentra cerrada. La válvula rotativa abre la conexión a baja presión. Por tanto, el helio sufre una expansión en la que disminuye la temperatura. Esta disminución de la temperatura se debe un proceso de trabajo y no a un intercambio de energía en forma de calor; la entropía del gas se mantiene constante durante esta etapa. Figura 2.11(C).
4. **Calentamiento isobárico:** estando la conexión a baja presión abierta, el cilindro regenerador baja hacia la zona inferior del volumen de la cabeza fría, desplazando el helio hacia las zonas altas. En este desplazamiento vuelve a haber un intercambio de calor entre el material regenerador y el helio gas, enfriándose el primero y calentándose el segundo. Figura 2.11(D). Al finalizar esta etapa del ciclo, el gas se encuentra en la parte superior de la cabeza fría y a la misma temperatura que al comienzo del ciclo. En este

punto, el ciclo vuelve a empezar. La conexión a baja presión se cierra y se abre la conexión a alta presión. El gas entrante, a mayor presión, comprime el helio caliente que hay en el volumen de la cabeza fría. Este trabajo de compresión es isoterma, por lo que la energía interna del gas no aumenta. En cambio, este trabajo de compresión es compensado por una transferencia de energía, en forma de calor, que es evacuada hacia el exterior por un refrigerador conectado al compresor.

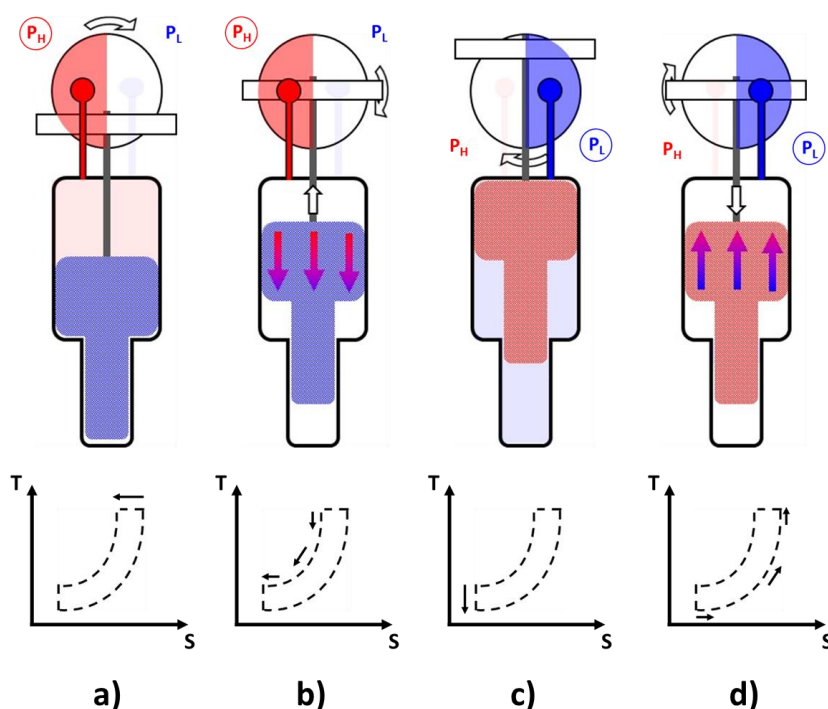


FIGURA 2.11 Esquema de las cuatro etapas del ciclo GM. **A)** Compresión isoterma. **B)** Enfriamiento isobárico. **C)** Expansión isentrópica. **D)** Calentamiento isobárico.

Para conseguir presiones de 20 bar en la conexión de alta presión y de 5 bar en la conexión de baja presión, es necesario que la cabeza fría esté conectada a un compresor que se encargue, no solo de alcanzar esas presiones, sino que además sea capaz de mantenerlas estables durante largos periodos de operación. El conjunto de cabeza fría y compresor conforma un circuito cerrado, en el cual la pureza del helio que circula por este debe estar por encima del 99.999%. Esta necesidad se debe a que cualquier impureza presente en el circuito cerrado terminará congelándose, produciendo pérdidas de eficiencia e incluso bloqueo mecánico.

Cada 10.000 horas de funcionamiento es recomendable realizar un mantenimiento completo de la cabeza fría. Consiste en parar la cabeza fría, desconectarla del compresor y desacoplarla del dewar que contiene el helio líquido. Al levantar la cabeza fría, es apreciable la capa de hielo de N_2 , O_2 , CO_2 y H_2O que se ha ido formado alrededor de su carcasa a lo largo tantas horas de trabajo. Esta capa de

hielo que rodea la carcasa impide el buen contacto térmico entre la cabeza y el helio que viene desde el ATP y que debe ser licuado. En definitiva, esta acumulación de impurezas funciona como una impedancia térmica que impide la transmisión de calor y por tanto empeora la eficiencia de la cabeza fría. Al extraer la cabeza fría del ATL, esta capa congelada se calienta rápidamente y se sublima. El helio que ha quedado en el interior de la cabeza fría se encuentra a baja temperatura. Conforme la cabeza vaya subiendo su temperatura, este helio se expandirá, llegando a ser peligroso si no se evacúa hacia el exterior. Por ello, se conectan válvulas de alivio en las conexiones de alta y baja presión. Así, no solo el helio será evacuado, sino que también lo serán las impurezas que se pudiesen haber ido acumulando en el interior de la carcasa. Una vez la cabeza fría se encuentra a temperatura ambiente, se desacopla la carcasa del resto de la cabeza, teniendo acceso al cilindro regenerador. Con cuidado, se limpian con etanol el interior de la carcasa y el cilindro regenerador. Una vez hecho esto, se acopla la carcasa a la cabeza. En este punto del proceso ya podemos acoplar la cabeza al ATL. Por último, debemos rellenar con helio ultra puro el circuito cerrado conformado por cabeza fría y compresor.

Además, aun siendo un ciclo cerrado, el compresor acabará perdiendo presión y eventualmente la cabeza fría no podrá funcionar a plena eficiencia. Esto ocurre tanto en los equipos ATL como en los equipos ATP. Por ello, cada cierto tiempo es necesario rellenar el circuito con He de pureza 99.999%.

Las cabezas frías que equipan los ATL160 de IMDEA Nanociencia son el modelo Sumitomo Cryocooler RDK-415D2, con potencia suficiente para bajar a temperaturas de 3.2 K.

2.4 MEDIDAS DE TRANSPORTE DE BAJA TEMPERATURA

La caracterización de todas las muestras fabricadas siguiendo los pasos descritos al principio del capítulo ha sido realizada en su mayoría mediante magnetotransporte a temperaturas por debajo de los 10 K. Para ello se ha empleado un criostato de helio líquido conectado a la planta de recuperación de IMDEA Nanociencia, descrita en el apartado anterior.

2.4.1 Criostato de helio líquido

En esta tesis las medidas de transporte de todas las muestras superconductoras han sido posibles gracias a un criostato de flujo que enfría la muestra mediante bombeo de He. En concreto, el criostato es un modelo comercial de la empresa Cryogenic, con un solenoide superconductor de NbTi capaz de alcanzar campos de 9 T. El criostato es, en esencia, un VTI (Variable Temperature Insert), insertado en un contenedor de helio de forma cilíndrica. La figura 2.12(A), muestra un esquema transversal del criostato, mientras que en la figura 2.12(B) se muestra una imagen del VTI desacoplado del criostato.

Durante las medidas, la parte exterior del criostato se encuentra a 300 K, mientras que en la parte interior el helio líquido mantiene la temperatura a 4.2 K. Por ello, el criostato está construido completamente con acero inoxidable, material que posee una conductividad térmica baja.

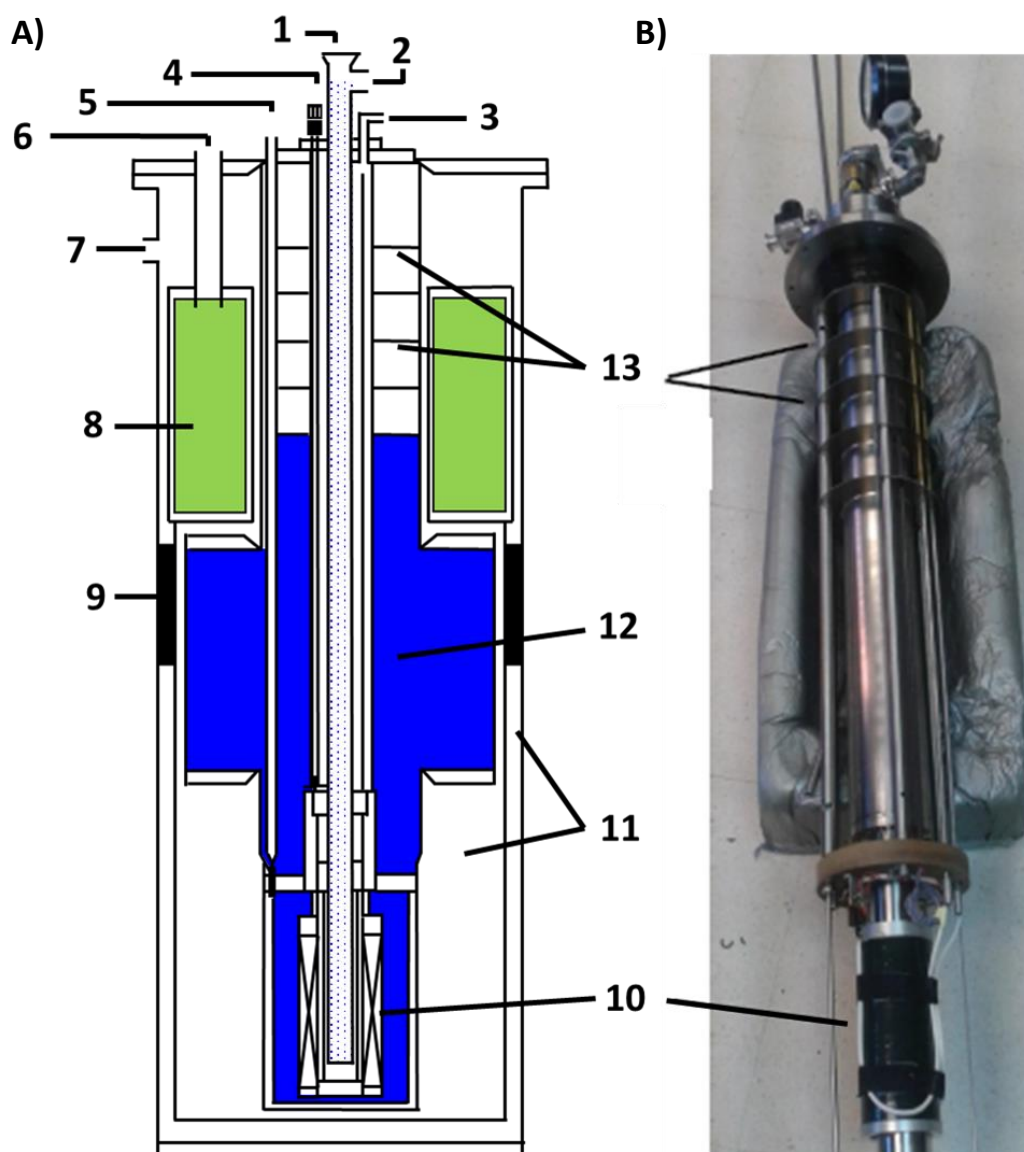


FIGURA 2.12 A) Diagrama del criostato B) Imagen del VTI desacoplado del criostato. Los números indican: **1.** Acceso al espacio de la muestra. **2.** Conexión para hacer vacío en el espacio de la muestra. **3.** Conexión para hacer vacío en la camisa interna. **4.** Válvula de aguja. **5.** Acceso al reservorio de helio líquido. **6.** Acceso al reservorio de nitrógeno líquido. **7.** Conexión para hacer vacío en la camisa externa. **8.** Reservorio de nitrógeno líquido. **9.** Escudo térmico. **10.** Bobina superconductora. **11.** Camisas de vacío. **12.** Reservorio de helio líquido. **13.** Placas para limitar la convección.

El contenedor de helio, de forma cilíndrica, se divide en varias capas. Rodeando a todo el contenedor, una camisa de vacío se encarga de proteger el resto del contenedor del contacto térmico con el exterior. Este espacio, la camisa externa, se encuentra a una presión de 10^{-5} mbar durante las medidas. A continuación, un contenedor relleno de nitrógeno líquido (NL) se encarga de apantallar el calentamiento por radiación del contenedor de He líquido. Entre el contenedor de NL y el contenedor de helio líquido, una segunda camisa de vacío, la camisa interna, evita la conducción térmica entre el He líquido y el resto del criostato. Durante las medidas, la camisa interna se encuentra a una presión de 10^{-6} mbar. En contacto con el VTI, se encuentra el contenedor de He, con capacidad para almacenar 50 L de helio líquido. El He líquido se encuentra en contacto directo con el solenoide superconductor de NbTi. Este solenoide se encuentra en el mismo en la zona inferior del contenedor de He, manteniéndose durante las medidas por debajo de la temperatura crítica del material. Este solenoide rodea la parte inferior de la carcasa del VTI; el espacio donde se encuentra la muestra durante las medidas.

Insertado en el contenedor cilíndrico, el VTI hace posible la realización de las medidas de transporte. El interior del VTI se comunica con el baño de He mediante una válvula de aguja que permite regular el paso de He desde el contenedor al espacio de la muestra. La entrada de la válvula de aguja se encuentra en la parte inferior del VTI, muy próxima a la muestra. Mediante una bomba rotatoria se mantiene un flujo de He gas que circula desde la salida de la válvula de aguja hasta la parte superior del VTI, donde está conectada la bomba. El VTI dispone de un *heater*, colocado junto a la válvula de aguja, que permite regular la temperatura a la que entra el helio desde el reservorio. El He líquido, combinado con el bombeo por parte de la rotatoria y el control en temperatura del *heater*, permite hacer medidas de transporte en un amplio rango de temperaturas; desde 1.3 K hasta los 300 K.

Para las medidas a bajo campo, por debajo de 0.27 T, la bobina superconductora del VTI está alimentada por una fuente de corriente Keithley 2420, capaz de introducir hasta 3 amperios de corriente. Si se quiere trabajar a alto campo, es necesario conectar la fuente Cryogenic SMS130C 4Q 20B DC, capaz de suministrar hasta 90 amperios de corriente, a los bornes de la bobina.

El circuito que alimenta a la bobina está puenteado por un cable superconductor acoplado a una resistencia, denominado *switch*. Cuando el *switch* está activado, la resistencia se calienta y el cable que puentea el circuito de la bobina abandona el estado superconductor. En este modo de operación, la bobina está conectada a la fuente de alimentación, por lo que es posible variar el campo aplicado sobre la muestra variando la corriente que circula por el imán (figura 2.13(A)). En cambio, cuando el *switch* está desactivado, por la resistencia no pasa corriente y por tanto no se calienta, por lo que el cable que puentea el circuito de la bobina se encuentra en estado superconductor. La bobina y el puente conforman un circuito superconductor cerrado y aislado de la fuente; un circuito cerrado sin disipación. Esto significa que cualquier campo introducido en la bobina con el *switch* encendido se mantendrá estable infinitamente cuando el *switch* se encuentre desactivado, sin necesidad de que la fuente de corriente esté encendida. Este modo de operación se denomina modo persistente (figura 2.13(B)) y se utiliza para realizar medidas a campo constante; por ejemplo, curvas de voltaje frente a intensidad. En cambio, el modo no persistente se emplea para medidas en las que es preciso variar el campo, como curvas de resistencia frente a campo.

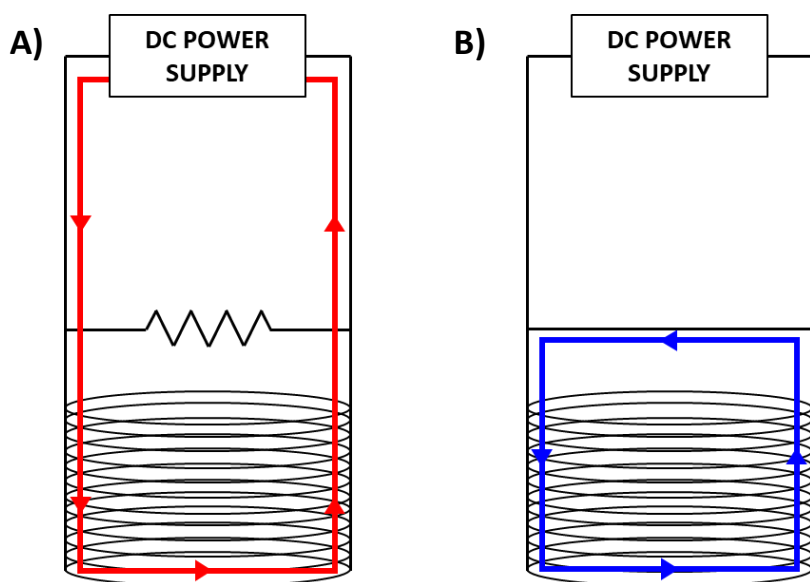


FIGURA 2.13 Esquema de la bobina superconductora del criostato, conectada a la fuente de corriente y funcionando en los modos de operación **A)** no persistente y **B)** persistente.

El criostato está equipado con una varilla superconductora que discurre verticalmente por todo el reservorio de helio. Por encima del nivel del líquido, esta varilla se encuentra en estado normal, mientras que la parte sumergida en el líquido se encuentra en estado superconductor. Por tanto, la resistencia de la varilla es una medida del nivel de helio que hay en el reservorio ya que, a menor nivel de líquido, mayor longitud no superconductora y por tanto mayor resistencia. Esta varilla está conectada a un medidor que marca el nivel de helio en mm desde el fondo del reservorio. La muestra a medir es introducida en el VTI mediante un portamuestras que deja la muestra posicionada a una altura tal que se encuentra justo en el centro de la bobina superconductora del VTI. Este portamuestras encaja con la apertura central superior del VTI, sellándola. A través de un tubo de acero alargado, el portamuestras lleva las conexiones eléctricas desde la muestra hasta el exterior. En concreto, todas las medidas de esta tesis han sido realizadas en un portamuestras con capacidad para rotar la muestra en torno a un eje. Este portamuestras rotador, que se muestra en la figura 2.14, permite rotar la muestra con respecto al campo magnético aplicado sin necesidad de sacarla del criostato, pudiendo controlar el ángulo con una precisión de un grado. Además, el portamuestras rotador dispone de un termómetro *cernox*, colocado junto a la muestra, que nos indica la temperatura de la misma. La muestra es contactada a los pines de contacto mediante cables de cobre y soldadura de indio. Estos pines de contacto encajan en los contactos del portamuestras.

A parte del criostato y las fuentes de corriente para alimentar el imán, las medidas de transporte se han realizado utilizando una fuente de corriente Keithley 6221, para inyectar corriente en la muestra, y un nanovoltímetro Keithley 2182A, para medir la caída de potencial entre dos contactos de voltaje. La temperatura a la que el helio entra en el espacio de la muestra, ha sido regulada mediante el *heater* del VTI conectado a un controlador de temperatura LakeShore 350. La potencia suministrada al *heater* está regulada mediante un control PID referenciado a la temperatura de la muestra.

Los aparatos de medida se comunican con el ordenador de medida mediante el protocolo GPIB. Para emplear el conjunto de fuentes, nanovoltímetro y controlador de temperatura, se han realizado diversos programas de medida utilizando LabView.

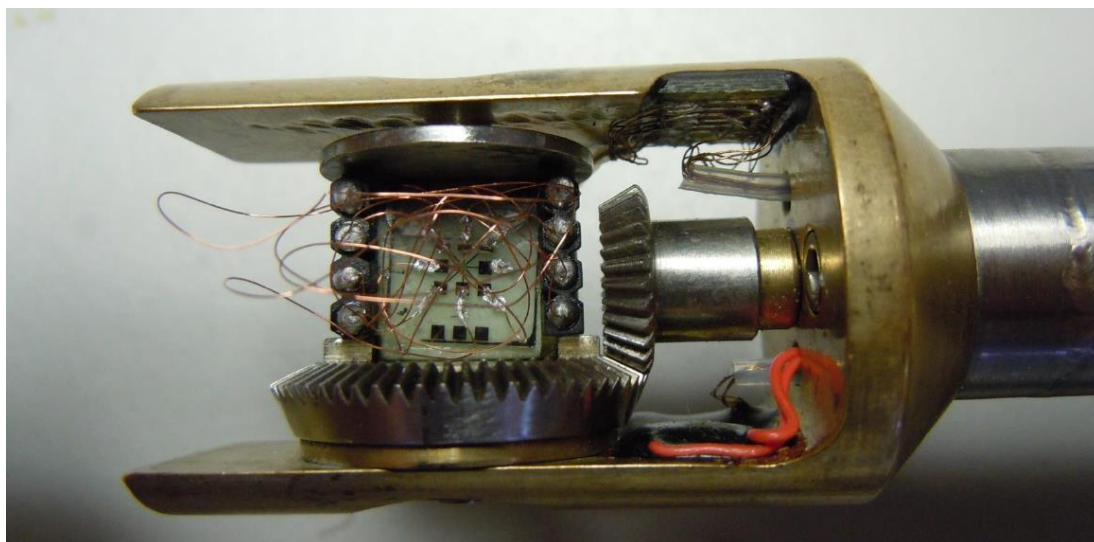


FIGURA 2.14 Portamuestras rotador con una muestra completamente procesada y contactada. En la propia muestra se pueden apreciar los cables de cobre soldados con indio a los contactos de la muestra y con estaño a los pines de contacto.

2.4.2 Caracterización de muestras superconductoras por transporte

Con la muestra en el espacio correspondiente del criostato (figura 2.13(A)), se abre la válvula de aguja y la muestra comienza a enfriarse. La figura 2.15 muestra una curva R vs T con una transición superconductora medida por transporte a campo cero y con una corriente de medida de $10 \mu\text{A}$ en una lámina delgada de Nb de 100 nm de espesor. En el *inset* de esta figura se muestra la curva completa desde una temperatura 250 K, medida durante el enfriamiento de la muestra. La temperatura crítica a campo cero (T_{c0}) de esta lámina delgada es $T_{c0} = 8.4 \text{ K}$.

Para determinar la temperatura crítica de todas las muestras de esta tesis se ha procedido de la misma forma: sin campo magnético aplicado y con una corriente de medida de $10 \mu\text{A}$, se mide la resistencia en función de la temperatura mientras se enfría la muestra (*inset* de la figura 2.15). El criterio empleado a lo largo de toda esta tesis sitúa el valor de T_{c0} a la temperatura en la cual la resistencia medida en la muestra es la mitad del valor de la resistencia en el estado normal ($0.5R_n$) antes de empezar a transitar al estado superconductor. En la figura 2.15 se ha marcado el valor de R_n con una línea roja discontinua, y en negro el valor de $0.5R_n$. Por lo general, a lo largo de los siguientes capítulos la temperatura T a la que se ha realizado una medida será indicada en relación a la T_{c0} de la muestra en cuestión: $t = T/T_{c0}$.

Como se irá viendo a lo largo de la tesis, aparte de curvas R vs T el criostato y los aparatos de medida permiten realizar medidas R vs H , V vs I en función de la temperatura o en función del campo o curvas V_{DC} vs I_{AC} .

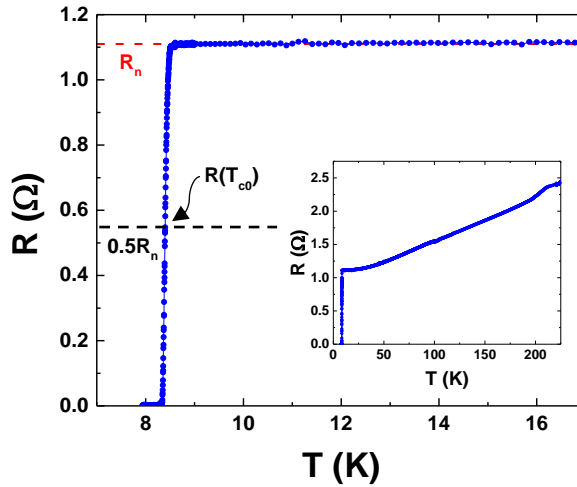


FIGURA 2.15 Curva R vs T medida con una corriente de $10 \mu A$ que muestra la transición superconductora de una lámina de Nb de 100 nm de espesor. La temperatura crítica a campo de cero de la lámina delgada es de $T_{c0} = 8.4$ K tomada con un criterio $R(T_{c0}) = 0.5R_n$ (línea negra discontinua), donde R_n es la resistencia del estado normal (línea roja discontinua).

2.4.3 Transferencia del helio líquido a los equipos

Una vez que el ATL ha licuado un volumen mínimo (80 L), se trasvasa el He líquido a un *dewar* de transporte. Antes del trasvase, el *dewar* de transporte debe estar a baja temperatura; preferiblemente con cierto volumen de helio líquido en su interior. El proceso de trasvase se realiza mediante una línea de transferencia especialmente diseñada para ello. En un trasvase típico desde el equipo ATL al *dewar* de transporte se evaporan entre 10 L y 15 L litros de helio, que van directos al globo de recuperación. Es conveniente comenzar el trasvase a una presión de 0.021 bar (0.3 psi) en el ATL, con el objetivo de que no aumente en exceso la presión mientras termaliza la línea de transferencia insertada en el *dewar*. Cuando la presión en el interior del ATL es estable y la caña ha termalizado, es conveniente pasar a una presión de 0.103 bar (1.5 psi) con el objetivo de acelerar el trasvase y minimizar las pérdidas por evaporación.

En un segundo proceso de transferencia, se trasvasa el helio líquido del *dewar* de transporte al criostato de medida. Previamente al trasvase de helio, y siempre tras haber hecho vacío en las camisas del criostato, se trasvasa NL para preenfriar el criostato. Este proceso de preenfriado dura al menos 12 horas, dejando termalizar el contenedor de He líquido, relleno de NL, hasta que alcanza una temperatura de 80 K. Una vez se ha sacado el nitrógeno líquido del contenedor de helio, un extremo de la caña es introducido lentamente en el *dewar* de transporte, mientras que el otro extremo es introducido en el criostato, a través de la apertura que da acceso al reservorio del helio. La propia evaporación del helio, debido a que la caña de trasvase se encuentra a mayor temperatura, es suficiente para presurizar el *dewar* y comenzar transferir helio al criostato. Al comienzo, el criostato

se encuentra a una temperatura muy superior a la temperatura de ebullición del He líquido. Los primeros litros de helio transferidos al criostato se evaporarán. Por intercambio de calor con el He entrante, la temperatura del criostato va descendiendo hasta los 4.2 K. A esta temperatura, el helio líquido comienza a depositarse en el interior del criostato. Un trasvase óptimo del *dewar* al criostato, es decir aquel en el que se evapore el menor volumen de helio líquido posible, debe ser realizado a una presión de en torno a 0.1 bar (1.45 psi).

2.5 CARACTERIZACIÓN MAGNÉTICA

En esta tesis, muchas de las nanoestructuras encapsuladas por las láminas superconductoras tienen propiedades magnéticas. Por tanto, su caracterización mediante Microscopio de Fuerza Magnética (MFM) y la magnetometría SQUID (Superconducting Quantum Interference Device), y su análisis mediante simulaciones micromagnéticas con MuMax³, han sido esenciales para entender la dinámica de vórtices superconductores sujetos a dichas nanoestructuras magnéticas.

2.5.1 SQUID

En el caso de la muestra de V sobre triángulos de Nb, ha sido necesario caracterizar mediante SQUID las propiedades superconductoras del array de triángulos sin la lámina delgada de V encima. Estas medidas fueron realizadas en un MPMS de Quantum Designs, perteneciente al CAI de Técnicas Físicas de la UCM. Este MPMS es un equipo rf-SQUID se basa en una única unión Josephson, alcanzando una resolución del orden de 10^{-7} emu.

Al igual que el criostato para medidas de transporte, este equipo consiste en un VTI insertado en un *dewar* de helio. Rodeando la parte baja del VTI hay una bobina superconductora capaz de alcanzar campos de hasta 5 T. La muestra está insertada en la zona baja del VTI, que VTI incorpora un conjunto de bobinas en esta misma zona. Se hace mover la muestra con movimientos periódicos en el interior de estas bobinas, generando un voltaje en ellas. Las bobinas están comunicadas eléctricamente con una zona del MPMS que está blindada de los campos generados por la bobina superconductora que rodea el VTI. Dentro de esta zona blindada se encuentran la unión Josephson, incorporada a un anillo superconductor. Esta unión Josephson está acoplada por inducción magnética a un circuito LC, también conocido como *tank circuit*. Este circuito se encuentra alimentado por una corriente rf de valor $i = i_0 \cdot \sin(\omega_r t)$, donde ω_r es la frecuencia de resonancia del circuito, generando un flujo $\varphi_r = MQL \cdot \sin(\omega_r t)$ a través del anillo superconductor. Al insertar una muestra en el VTI, el voltaje generado en las bobinas por el movimiento de la muestra es convertido nuevamente a flujo dentro de la zona blindada; flujo que atraviesa el anillo superconductor. Por tanto, el anillo ahora es atravesado por un flujo $\varphi_r + \varphi_{\text{muestra}}$. Esta variación en el flujo a través del anillo SQUID produce una variación en su estado energético. Dicha variación de energía en la unión Josephson es extraída del circuito LC, lo que se traduce en una caída de potencial V_{RF} , la cual es medida por la electrónica del sistema.

2.5.2 Microscopio de fuerza magnética (MFM)

La caracterización mediante microscopía de fuerza magnética (MFM) ha sido fundamental en las muestras de Nb sobre triángulos de NdCo_5 y de Nb sobre una red de Co con geometría de panal de abeja (Spin Ice). Dicha caracterización fue realizada en la Universidad de Oviedo mediante un MFM modelo Dulcinea de la marca Nanotec.

Esta técnica es una variante de la microscopía de fuerza atómica (AFM). La diferencia con el AFM radica en que la punta de medida se encuentra recubierta con un material magnético, por lo que es sensible al campo de fuga de la muestra. La figura 2.16(A) muestra un esquema con todas las partes que componen un microscopio AFM/MFM. Como el AFM, un MFM se compone de un *holder*, fabricado con un material piezoeléctrico, una punta o sonda, que en el caso del MFM tiene un recubrimiento magnético (figura 2.16(B)), y un micropalanca flexible o cantiléver, a la que va unida la sonda, con la flexibilidad necesaria para reaccionar cuando la sonda interacciona con una superficie. El material piezoeléctrico sobre el que se apoya la muestra proporciona resolución en los tres ejes. En el cantiléver se refleja un haz láser. Un sensor óptico registra las deflexiones de este haz, resultado de los pequeños movimientos del cantiléver cuando la punta interacciona con la superficie de la muestra. Un tubo piezoeléctrico unido a la micropalanca actúa de elemento activo, controlando los movimientos de este.

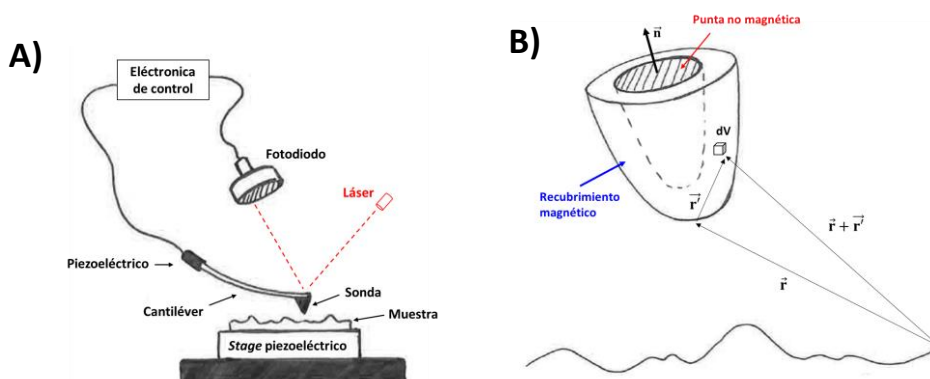


FIGURA 2.16 A) Esquema del montaje experimental de un AFM/MFM. **B)** Parámetros de integración para modelar la fuerza de interacción entre el revestimiento magnético de la sonda y el campo de fuga de la muestra.

En el AFM se mide la fuerza interacción de la punta, Van der Waals, con los átomos de la superficie. En cambio, en un MFM esta fuerza está mezclada con la interacción magnética entre el recubrimiento de la sonda y el campo de fuga de la muestra. La fuerza magnética entre dicho recubrimiento y la muestra viene dada modelada por:

$$\vec{F} = \mu_0 \int (\vec{M}_{\text{punta}} \cdot \vec{H}_{\text{muestra}}) dV_{\text{punta}}$$

Para poder separar la contribución magnética de las demás contribuciones, cada línea de la imagen MFM es escaneada dos veces.

Medida en dos pasadas

Cada línea de la imagen es escaneada dos veces, con la punta en modo de contacto intermitente o *tapping*. En una primera pasada (figura 2.17(A)), la punta pasa muy cerca de la superficie. La interacción no magnética de la punta con los átomos es fuerte. Este escaneo resulta en el registro de la topografía de la superficie a lo largo de dicha línea. En una segunda pasada (figura 2.17(B)), la sonda recorre dicha topografía, pero manteniendo constante una distancia de 50 nm con respecto a la superficie de la muestra. A esta distancia, la interacción magnética del recubrimiento con la muestra es mucho más fuerte que el resto de interacciones. Los datos magnéticos serán adquiridos como variaciones en la amplitud, la frecuencia o la fase de la vibración del micropalanca según recorre la línea por segunda vez.

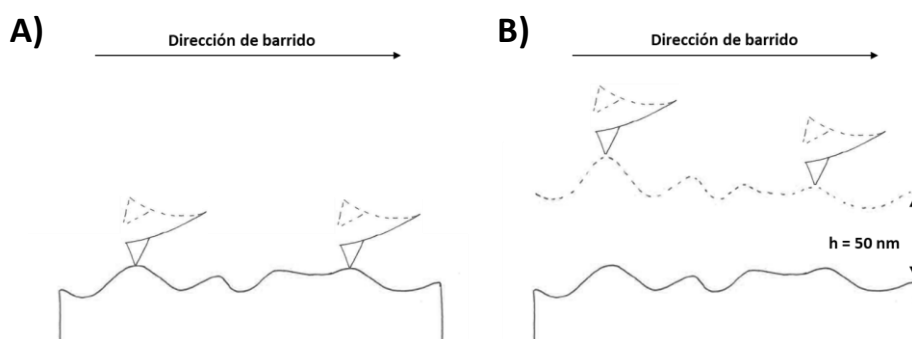


FIGURA 2.17 Esquema que ejemplifica los dos barridos que realiza el MFM a lo largo de cada línea de la imagen. **A)** Primera pasada, en la que se escanea la topografía de la muestra. **B)** Segunda pasada a 50 nm de la superficie de la muestra, en la que se registran las interacciones magnéticas entre punta y muestra.

Las medidas MFM de esta tesis han sido realizadas a amplitud constante, registrando cambios en la frecuencia de vibración del cantiléver. Al moverse recorriendo la muestra, las variaciones en la topografía o en el campo de fuga de la muestra provocarán cambios en esta amplitud de vibración. El tubo piezoeléctrico actúa sobre el cantiléver, modificando la frecuencia de vibración para intentar mantener la amplitud constante. Los cambios en la frecuencia de vibración vienen dados por

$$f = f_0 \sqrt{1 - \frac{\partial F / \partial z}{c}}$$

En el segundo barrido, todas las variaciones en la frecuencia se deben a la interacción entre el recubrimiento de la punta y el campo de fuga del material. Cuando la fuerza sea atractiva, $\partial F / \partial z > 0$, la frecuencia disminuirá, lo que se verá en la imagen como una zona de contraste oscuro. En cambio, cuando la fuerza sea repulsiva, $\partial F / \partial z < 0$, la frecuencia de vibración aumentará, resultando como una zona de contraste claro en la imagen.

2.5.3 MuMax³

Mumax³ es un programa de simulación micromagnética acelerado por GPU. Programado en los lenguajes Go y Nvidia CUDA, discretiza el sistema a simular en una colección de bloques. Cada bloque i tiene una imanación \vec{m}_i . El programa hace uso de la discretización por diferencias finitas para resolver las ecuaciones dependientes del tiempo que modelan la evolución del vector magnetización \vec{m} en cada bloque.

A lo largo de los capítulos siguientes, MuMax³ ha sido utilizado para hacer simulaciones micromagnéticas de los triángulos de NdCo₅ y de redes hexagonales de Co. MuMax³ tiene la posibilidad de simular imágenes MFM pudiendo variar la distancia desde la punta a la muestra y el tamaño del recubrimiento magnético de la punta.

La figura 2.18(A) muestra una imagen MFM de un array desimanado de triángulos fabricados con multicapas de 40 repeticiones de Co/Pd, con una fuerte anisotropía fuera del plano. Definiendo en el programa un eje de anisotropía perpendicular y usando los valores adecuados de la imanación de saturación (M_s), la constante de anisotropía (K_u) y la constante de canje (A), es posible simular el estado desimanado de los triángulos, como se muestra en la figura 2.18(B). Además, mediante un código escrito en Matlab, es posible calcular el campo de fugas del material para cualquier distancia sobre su superficie. La figura 2.18(C) muestra el campo de fugas generado por los triángulos de Co/Pd a una distancia de 50 nm sobre su superficie, la cual coincide con la mitad de espesor de la lámina superconductora de Nb que está depositada en la muestra real.

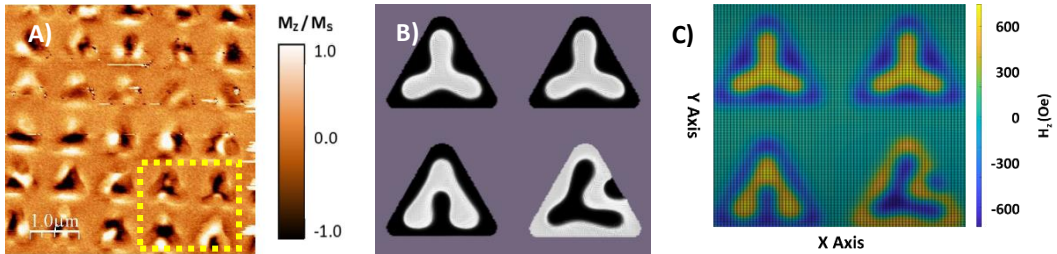


FIGURA 2.18 **A)** Imagen MFM de un array de triángulos con anisotropía perpendicular. **B)** Resultado de la simulación realizada con MuMax³ en una celda de cuatro triángulos. Los valores de M_s , K_u y A de la simulación son los del material del que están hechos los triángulos de la imagen MFM anterior. **C)** Campo de fuga generado por los triángulos a 50 nm de su superficie. El cálculo ha sido realizado con una función escrita en Matlab a partir de los datos de la simulación anterior.

3

INFLUENCIA DEL DESORDEN MAGNÉTICO EN LA DINÁMICA DE VÓRTICES SUPERCONDUCTORES

3.1 INTRODUCCIÓN

Superconductividad y magnetismo son fenómenos cooperativos de largo alcance que suelen adquirir roles antagónicos. Esto se debe a que el orden ferromagnético de los espines, debido a la interacción de canje, conduce a la destrucción de los pares de Cooper. Si la interacción de canje en el material es lo suficientemente fuerte, un electrón de espín *up* se encontrará rodeado por una nube de electrones con la misma polarización de espín. Para que se pueda formar un par de Cooper un electrón de espín *down* deberá atravesar una barrera de potencial debida al canje. Si esta nube de polarización de espín es lo suficientemente grande, la repulsión electrónica debida al canje dominará sobre la atracción mediada por fonones, de corto alcance, y no llegará a formarse el par de Cooper¹. Efectivamente, en un trabajo realizado por Matthias *et al.* se comprobó que, diluyendo una pequeña cantidad de gadolinio en un superconductor, lantano, la temperatura crítica de este último descendía hasta quedar suprimida para concentraciones mayores del uno por ciento². No obstante, este trabajo sugería también que una configuración electrónica favorable al ferromagnetismo también podía ser favorable a la superconductividad.

La posible coexistencia de estos dos fenómenos en el mismo material fue estudiada tiempo atrás por Ginzburg, concluyendo que era posible bajo determinadas condiciones³. Pronto, numerosos trabajos experimentales empezaron a dar indicios de que una fase superconductora es posible en un material que también presenta una fase ferromagnética⁴, coexistencia de superconductividad y orden antiferromagnético⁵⁻⁷, e incluso la coexistencia de superconductividad y orden ferromagnético⁸⁻¹⁰. Al final, el carácter colaborativo o competitivo entre magnetismo y superconductividad depende de la

modulación en el espacio de sus parámetros de orden; esto es, cómo se acomodan conjuntamente ambos fenómenos dentro del material^{11,12}.

La interacción entre magnetismo y superconductividad en sistemas híbridos nanoestructurados ha sido objeto de un estudio intenso desde hace más de cincuenta años^{13–16}. En concreto, las técnicas de deposición de metales, combinadas con la litografía electrónica, permiten la inclusión de redes periódicas de imanes de escala nanométrica en láminas delgadas superconductoras. Estos sistemas híbridos han dado lugar a numerosos trabajos de control de la dinámica de vórtices^{17–19}, así como del estudio de la interacción entre vórtices y antivórtices^{20–22}.

3.2 DESCRIPCIÓN DE LA MUESTRA

El sistema híbrido magnético/superconductor estudiado en este capítulo consiste en una lámina delgada de Nb que recubre un array de triángulos equiláteros fabricados de NdCo_5 , un material amorfo con débil anisotropía magnética perpendicular o wPMA (*weak Perpendicular Magnetic Anisotropy*)^{23,24}, dando lugar a una estructura de dominios en forma de bandas dentro del triángulo. Los triángulos, que se muestran en la figura 3.1(A), están dispuestos en una red rectangular de 800 nm x 730 nm y tienen una base de 650 nm. El espesor de los triángulos es de 55 nm, de los cuales 50 nm corresponden al NdCo_5 y los últimos 5 nm a una capa de Al que evita que se oxiden. La figura 3.1(A) muestra una imagen SEM del array de triángulos antes de depositar la película de Nb sobre ellos. La película de Nb que recubre a estos triángulos tiene un espesor de 100 nm y una temperatura crítica a campo cero (T_{c0}) de 8.6 K, tomando un criterio de $0.5R_n$. Tras la deposición de la película de Nb se ha definido un puente de medida siguiendo el procedimiento descrito en el capítulo 2. Uno de los terminales de corriente del puente de medida está alineado con las bases de los triángulos, mientras que el otro es perpendicular éstas.

En este sistema se ha estudiado la competición entre el anclaje de vórtices superconductores debido a la corrugación de la película de Nb y el anclaje debido a la estructura de dominios magnéticos en los triángulos. Mientras que el potencial de anclaje debido a la corrugación está modulado con una periodicidad de en torno a 800 nm, la modulación del potencial de anclaje debido al magnetismo de los triángulos es del orden de 80 nm, por lo que el sistema es idóneo para estudiar la competición entre dos potenciales de anclaje ordenados con orígenes y periodicidades distintas. En concreto, este capítulo se centra en la interacción de la red de vórtices con la estructura de dominios magnéticos en el estado *as – grown* y en el estado de remanencia fuera del plano, los cuales presentan configuraciones muy diferentes entre sí, dando lugar a comportamientos de la red de vórtices superconductores completamente distintos.

3.2.1. Descripción de la aleación amorfa de NdCo_5

Los triángulos están fabricados con una aleación amorfa (TR – MT) de una tierra rara, Neodimio (Nd), y un metal de transición, Cobalto (Co). Muchas de estas aleaciones amorfas presentan anisotropía magnética perpendicular²⁵. En concreto, los triángulos del sistema híbrido estudiado en este capítulo son de una aleación de Nd y Co con una relación estequiométrica 1:5.

Comparado con otros materiales de alta anisotropía magnética perpendicular (PMA) como las multicapas de Co/Pd o de Co/Pt, con un factor de calidad Q por encima de 10, el NdCo₅ presenta un valor de Q en torno a 0.2 a temperatura ambiente. El factor de calidad Q de un material magnético representa la relación entre la energía de anisotropía K_N y la energía magnetostática del mismo:

$$Q = \frac{K_N}{2\pi M_s^2}$$

El bajo factor de calidad en este material da lugar a una anisotropía magnética perpendicular débil (wPMA). El término de anisotropía K_N de la energía libre del sistema es menor que el factor desimanador $2\pi M_s^2$. Debido a ello, esta aleación amorfa presenta una estructura de dominios magnéticos en bandas, típica de materiales magnéticos de bajo factor calidad²⁶. Esta estructura de dominios magnéticos se muestra en la imagen MFM de la figura 3.1(B), tomada en una película delgada de NdCo₅ de 45 nm de espesor en remanencia tras aplicar 1 kOe en el plano²⁷. Si el espesor de la película delgada es menor que cierto espesor crítico $t_c(K_N, M_s)$, toda la imanación queda contenida en el plano debido a la anisotropía de forma. Cuando el espesor de la película es mayor que t_c aparece la estructura de dominios a bandas. En las aleaciones amorfas de NdCo₅ el $t_c \sim 30$ nm a temperatura ambiente y $t_c \sim 10$ nm a bajas temperaturas²⁴.

La variación interna de la imanación en estas estructuras a bandas fue estudiada mediante microscopía electrónica por Koikeda, Suzuki y Chikazumi²⁸. La componente fuera del plano de la imanación oscila de forma periódica de arriba (contraste claro) a abajo (contraste oscuro), para minimizar la energía magnetostática del sistema. El periodo con el que oscila la componente perpendicular de la imanación Λ depende del espesor de la película y de la temperatura. La figura 3.1(C) muestra un esquema que ilustra esta situación. Dentro de cada domino magnético hay una flecha blanca o negra, en función de si su componente perpendicular apunta hacia arriba o hacia abajo, que representa la dirección de la imanación en dicho dominio. En la misma figura, estas flechas aparecen descompuestas en sus componentes en el plano y fuera del plano en la superficie de los dominios. Aunque las componentes en el plano de todos los dominios están orientadas en el sentido del campo externo aplicado para imanar la lámina, las componentes perpendiculares al plano alternan entre los dos sentidos posibles (negro y blanco) con una periodicidad Λ . Entre dominios adyacentes hay paredes de Bloch paralelas al plano XZ en las que la imanación rota siempre contenida en el plano de la pared. Sin embargo, la situación esquematizada en la figura 3.1(C) presenta una gran acumulación de polos magnéticos en las superficies paralelas a XY, dando lugar a un elevado término factor desimanador. Por ello, y debido a que la anisotropía perpendicular es débil, cerca de la superficie de la lámina se forman dominios de cierre, minimizando el número de polos en superficie y encerrando el flujo magnético en el interior de la lámina. Esta situación se muestra en la figura 3.1(D).

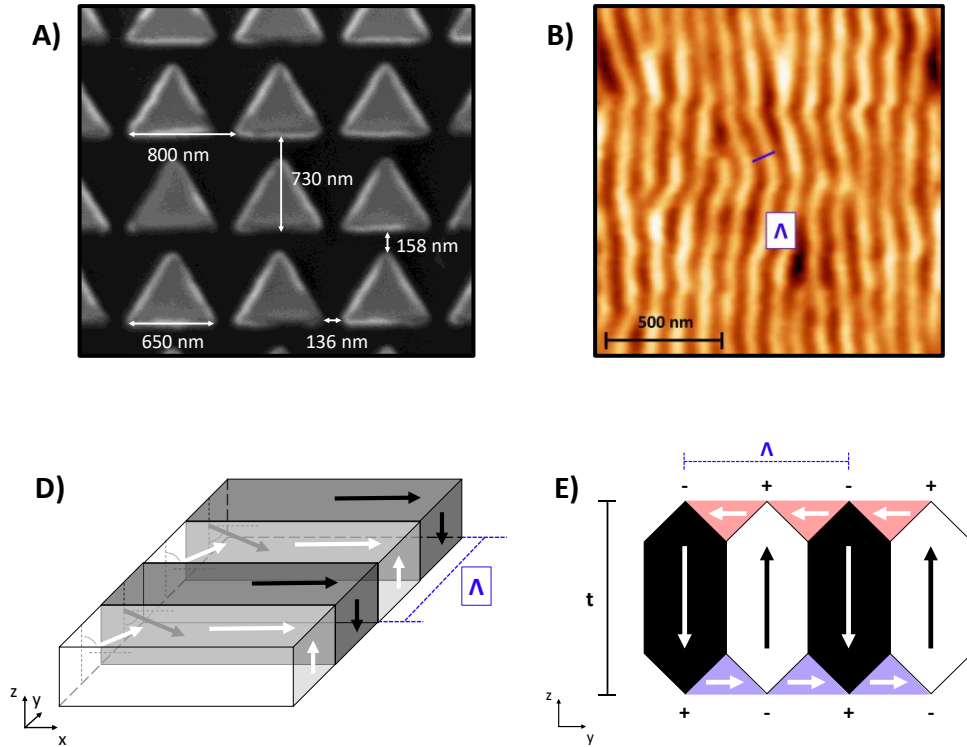


FIGURA 3.1 **A)** Imagen SEM del *array* de triángulos de NdCo₅. **B)** Imagen MFM de una lámina delgada de NdCo₅ de 45 nm de espesor, en remanencia tras aplicar un campo magnético en el plano de 1kOe. Los dominios magnéticos quedan paralelos a la dirección de imanación. La imagen ha sido tomada de la referencia [27]. **C)** Esquema de la imanación en los dominios magnéticos. La distancia Λ es la periodicidad de la estructura de dominios a bandas. **D)** Esquema en el plano YZ de una lámina delgada de espesor t con dominios a bandas. Cerca de la superficie aparecen dominios de cierre (en azul y en rojo) para minimizar término magnetostático en la energía del sistema.

Los parámetros magnéticos del NdCo₅ dependen de la temperatura. A temperatura ambiente ($RT = 300$ K), la imanación de saturación de la aleación es $M_s(RT) = 1.1 \times 10^6$ A/m, la constante de anisotropía $K_N(RT) = 1.6 \times 10^5$ J/m³ y el factor de calidad $Q(RT) = 0.21$. En cambio, a baja temperatura ($LT = 10$ K) estos valores cambian, siendo $M_s(LT) = 1.28 \times 10^6$ A/m y $K_N(LT) = 15 \times 10^5$ J/m³, por lo que $Q(LT) = 1.43$.

El cambio del factor de calidad Q con la temperatura influye enormemente en la estructura de dominios en el interior de los triángulos. A lo largo del capítulo, el proceso de aplicar un campo magnético para imanar los triángulos a lo largo de una dirección concreta y orientar o modificar la estructura de dominios ha sido realizado siempre a 10 K. Como se irá viendo, empleando los vórtices para sondear el estado magnético del NdCo₅ se ha comprobado que los triángulos pierden el estado de remanencia al aumentar la temperatura hasta temperatura ambiente, borrándose la historia magnética de la muestra debido precisamente al cambio de Q con la temperatura.

También se han realizado simulaciones en Mumax³²⁹ con el objetivo de conocer con precisión el estado micromagnético de los triángulos en los distintos estados de remanencia posibles. Estas simulaciones han sido realizadas en una celda de cuatro triángulos, discretizada en bloques de dimensiones $5.7 \times 5.05 \times 2.5 \text{ nm}^3$. Las simulaciones micromagnéticas de aleaciones TR – MT se realizan habitualmente siguiendo un modelo de anisotropía magnética con una orientación aleatoria en torno al eje fuera del plano^{30,31}. En este modelo, los ejes de anisotropía de cada grano están desviados del eje perpendicular al plano de la muestra un ángulo $\Delta\alpha$, tal y como se muestra en el esquema de la figura 3.2(A). En concreto, en las simulaciones realizadas para este capítulo se ha escogido un valor $\Delta\alpha = 15^\circ$, con un tamaño de grano de 12 nm. La elección del parámetro $\Delta\alpha$ no ha sido arbitraria. Como se muestra en la figura 3.2(B), valores de $\Delta\alpha$ por debajo de 10° dan lugar a $M_R/M_S \approx 1$ después de imanar fuera del plano. Esto implica la ausencia de dominios invertidos en remanencia, lo cual no se corresponde con lo reportado previamente en la literatura²⁷, ni con los resultados que se irán mostrando a lo largo de este capítulo³².

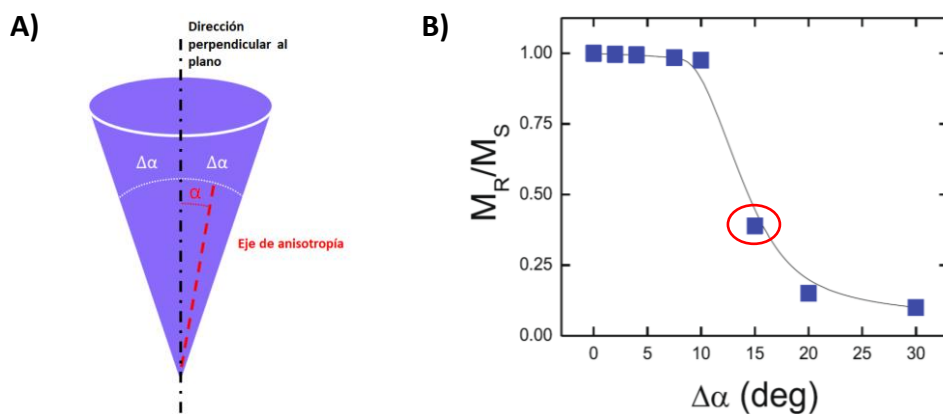


FIGURA 3.2 A) Esquema que representa el cono en torno a la dirección perpendicular al plano (en negro) dentro del cual se puede orientar aleatoriamente el eje de anisotropía (en rojo) de cada grano de NdCo₅. **B)** Imanación en remanencia obtenida en las simulaciones en función de la desviación máxima $\Delta\alpha$ permitida en la simulación para el eje de anisotropía de los granos del material. El círculo rojo marca el grado de desorden utilizado para las simulaciones de este capítulo.

3.3 MEDIDAS DE TRANSPORTE EN EL ESTADO *AS – GROWN*

Cuando ningún campo magnético ha sido aplicado a la muestra, la configuración de dominios se encuentra en el estado *as – grown*. En este estado, las curvas de magnetorresistencia presentan una estructura de mínimos con una periodicidad de 36 Oe, precisamente la que cabe esperar cuando la red de vórtices adapta su geometría a la del array rectangular de triángulos de NdCo₅. En la figura 3.3 se muestran las curvas de magnetorresistencia R vs H en función de la temperatura y la corriente aplicada. En el caso de estas curvas, la corriente está aplicada a lo largo de la dirección paralela a las bases de los triángulos, por lo que el movimiento de los vórtices es en la dirección que va desde la base a la punta de los triángulos. Las R vs H evolucionan según lo esperado conforme desciende la temperatura: los mínimos se hacen más abruptos y apreciables, aparte de ir apareciendo nuevos mínimos correspondientes a un mayor número de vórtices celda unidad. Como se puede ver en la

figura 3.4, el efecto de conmensurabilidad también aparece cuando se inyecta corriente en la dirección perpendicular a las bases; es decir, cuando los vórtices se mueven en la dirección paralela a las bases.

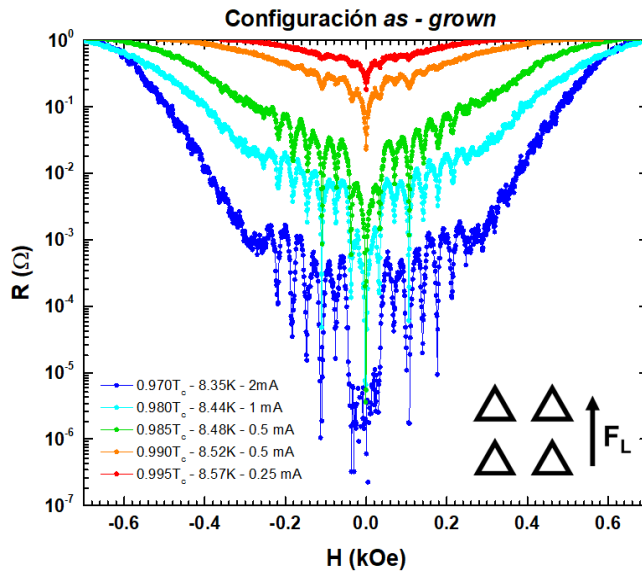


FIGURA 3.3 Evolución con la temperatura y la corriente de las curvas R vs H medidas en el estado *as - grown* con los vórtices moviéndose de base a punta.

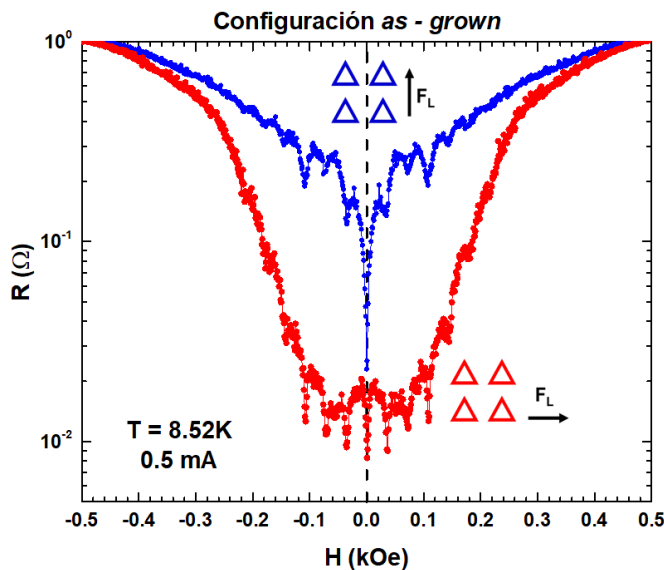


FIGURA 3.4 Curvas R vs H medidas a 8.52 K y con una corriente de medida de 0.5 mA para las dos direcciones de movimiento de vórtices posibles. En rojo, la curva obtenida con los vórtices moviéndose a lo largo de la dirección paralela a las bases. En azul, la curva obtenida con los vórtices moviéndose de base a punta.

Para simular el estado *as – grown* de los triángulos se ha recurrido al hecho de que al subir la temperatura hasta 300 K la historia magnética del material se borra, volviendo a la estructura de bandas magnéticas del estado *as – grown*. Partiendo de un estado de remanencia arbitrario tras aplicar un campo magnético a LT, se han modificado los parámetros magnéticos del material para simular una subida de temperatura hasta RT. Este cambio devuelve la estructura de dominios a una configuración como la que se muestra en la figura 3.5(A). Al ser $K_N(RT)$ casi un orden de magnitud menor que $K_N(LT)$, las paredes de Bloch que separan los dominios son más extensas, ya que a RT la energía del sistema no aumenta tanto cuando los momentos magnéticos se alinean fuera del eje de anisotropía perpendicular, lo que se traduce en colores distintos al blanco o el negro en la imagen. La figura 3.5(B) muestra una imagen MFM tomada a RT en uno de los triángulos con una distancia de 50 nm entre la punta y la muestra. A pesar de que los dominios no están bien definidos, debido a la distancia entre la punta y la superficie del triángulo, se aprecia una estructura de dominios concéntrica, similar a la obtenida en las simulaciones.

Al bajar de nuevo la temperatura hasta LT, la estructura de dominios formada a RT se conserva. El único cambio apreciable es la disminución de tamaño en las paredes de Bloch, ya que la constante de anisotropía ha vuelto a aumentar un orden de magnitud. La figura 3.5(C) muestra el estado *as – grown* a LT obtenido tras la simulación, en la que las paredes de Bloch han reducido su tamaño apreciablemente. La estructura de dominios de todos los triángulos es similar, lo que permite conservar el orden de largo alcance en la red de triángulos y por tanto el efecto de conmensurabilidad observado en las curvas R vs H.

Como puede verse en las simulaciones, en el estado *as – grown* la estructura de dominios de cada triángulo tiende a formar un patrón concéntrico, conservando el orden de largo alcance impuesto sobre la red de vórtices por el *array* rectangular que formado por los triángulos de NdCo₅.

Además, las curvas R vs H no muestran desplazamiento en campo, no hay un campo de compensación ($H_{comp} = 0$). Esto indica que el campo de fugas de los triángulos no genera pares vórtice – antivórtice³³. Utilizando los datos obtenidos en las simulaciones, es posible calcular el campo de fugas sobre los triángulos, en torno a 300 Oe de media, y en las zonas intersticiales entre ellos, en torno a 40 Oe. El número de antivórtices en el intersticio se puede estimar a partir de la expresión:

$$\Phi_{intersticial} = \mu_0 H_{intersticio} \cdot (A_{celda\ unidad} - A_{triángulo})$$

Asumiendo que $H_{intersticio} = 40$ Oe en promedio, se tiene que $\Phi_{intersticial} = 0.81 \Phi_0$, por lo que el flujo que atraviesa las zonas intersticiales debido al campo de fugas es insuficiente para generar pares vórtice – antivórtice, lo cual concuerda con las medidas R vs H.

Otra forma de comprobar que el campo de fugas de los triángulos no es suficiente para generar antivórtices en las zonas intersticiales es midiendo el efecto *ratchet* a campo $H = 0$ ²². Como muestra la figura 3.6(A), al aplicar una corriente AC a campo cero no hay efecto rectificador alguno, ya que no hay vórtices moviéndose en la muestra. En cambio, con un campo distinto de cero, al aplicar una corriente AC a lo largo de las bases el movimiento alterno en la dirección perpendicular a las mismas produce un efecto rectificador debido al potencial asimétrico introducido por los triángulos. Las figuras 3.6(B – F) muestran la señal *ratchet* medida a distintos campos de *matching*.

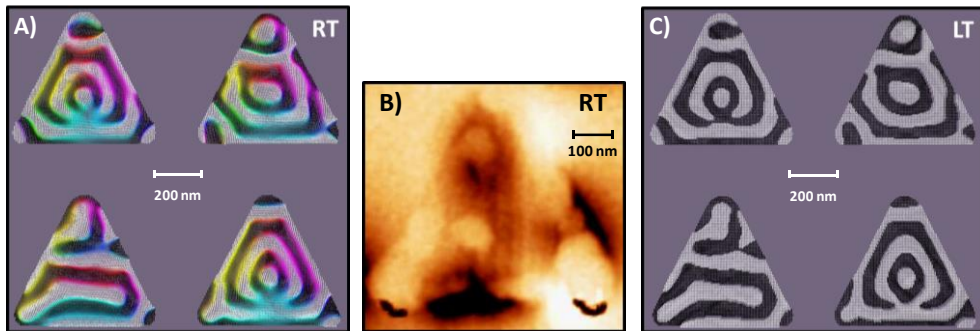


FIGURA 3.5 **A)** Simulación del estado *as – grown* de los triángulos a temperatura ambiente (RT). Los degradados de color que aparecen entre los dominios corresponden a las paredes de Bloch, donde los momentos magnéticos rotan fuera del eje perpendicular al plano de la muestra. **B)** Imagen MFM de uno de los triángulos en el estado *as – grown* a RT. La imagen ha sido tomada con una distancia de 50 nm entre la punta y la muestra. **C)** Simulación del estado *as – grown* de los triángulos a baja temperatura (LT). El degradado de colores ha desaparecido con respecto a la figura (A) debido a que las paredes de Bloch han reducido su tamaño. Las imágenes (A) y (C) corresponden a los momentos magnéticos a la mitad de espesor de los triángulos.

Como se establece en el trabajo de Villegas *et al.*¹⁹, para campos mayores que H_3 hay un conjunto de vórtices anclado sobre los triángulos, con un sentido fácil del movimiento que va de base a punta, y otro conjunto de vórtices anclado en las zonas intersticiales, con un sentido fácil del movimiento inverso. El primer conjunto está más anclado que el segundo. Esto significa que, al ir aumentando la corriente AC gradualmente, primero comienza a moverse el conjunto intersticial, dando lugar a un V_{DC} negativo. Conforme continúa aumentando la corriente, comienza a moverse conjunto anclado sobre los triángulos; la señal V_{DC} pasa a ser positiva. Estos cambios de signo (*reversal*) en la misma curva V_{DC} vs I_{AC} implican la coexistencia de ambos conjuntos de vórtices.

En las curvas de las figuras 3.6(B) y 3.6(C) se aprecia un claro cambio de signo de la señal *ratchet* entre el primer y el segundo campo de *matching*. Atendiendo a la expresión $\vec{E} = \vec{B} \times \vec{v}$, un cambio en el signo de V_{DC} es debido a un cambio en la polaridad de los vórtices (\vec{B}) o a un cambio en el sentido de la velocidad de los mismos (\vec{v}). Al haber pasado de H_1 a H_2 no ha habido un cambio de polaridad en el campo, por lo que el cambio de signo se debe exclusivamente a la interacción de la red de vórtices con la estructura de dominios de los triángulos. Por tanto, introducir un segundo vórtice en la red cambia la dirección fácil del movimiento de la red de vórtices. Además, las curvas no muestran *reversal*, por lo que no hay dos conjuntos de vórtices anclados en zonas distintas. Como cabe esperar, a partir de H_4 todas las curvas V_{DC} vs I_{AC} presentan *reversal*, debido a que los vórtices aparecen también en las zonas intersticiales entre triángulos.

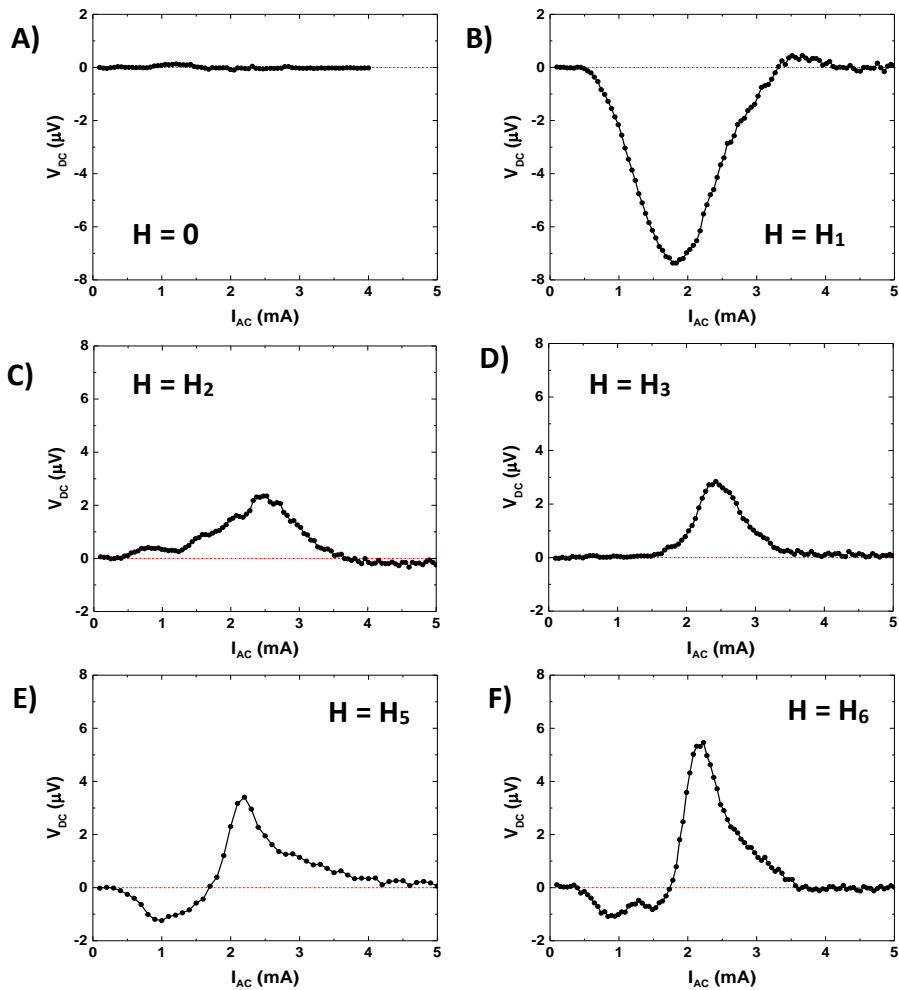


FIGURA 3.6 Panel que muestra la evolución de las curvas V_{DC} vs I_{AC} de efecto *ratchet* según aumenta el número de vórtices por triángulo. Las curvas están tomadas a una temperatura 8.48 K ($0.985T_{c0}$) y con una corriente AC de frecuencia 1 kHz.

3.4 MEDIDAS DE TRANSPORTE EN EL ESTADO DE REMANENCIA FUERA DEL PLANO: DESORDEN MAGNÉTICO FRENTE AL ANCLAJE ORDENADO

Como se ha dicho anteriormente, es posible modificar la estructura de dominios del NdCo_5 aplicando un campo magnético externo. En concreto, el escenario más interesante ocurre tras aplicar un campo magnético de 3 T a lo largo de la dirección perpendicular al plano de la muestra. Con el sistema en remanencia fuera del plano, se ha utilizado la red de vórtices para estudiar la estructura de dominios dentro de los triángulos. Como se muestra en la figura 3.7(A), los mínimos en las curvas R vs H desaparecen por completo cuando la temperatura desciende por debajo de $0.985T_{c0}$. Esta desaparición del efecto de conmensurabilidad también se aprecia en las curvas de corriente crítica (I_c) frente al campo aplicado, I_c vs H , que se muestran en la figura 3.7(B). Por debajo de cierta temperatura, el efecto de conmensurabilidad desaparece, por lo que se pierden los máximos en las curvas I_c vs H para todos los campos de *matching*.

Esta gran diferencia en la dinámica de vórtices con respecto al estado *as-grown* se debe a un cambio en la estructura de dominios tras aplicar un campo imanador en la dirección perpendicular al plano de la muestra. La pérdida del efecto de conmensurabilidad se debe a una distribución aleatoria de los dominios magnéticos dentro de los triángulos. La aleatoriedad magnética se impone a la periodicidad geométrica introducida por la red rectangular de triángulos, impidiendo la observación del efecto de conmensurabilidad entre la red de vórtices y la red de triángulos.

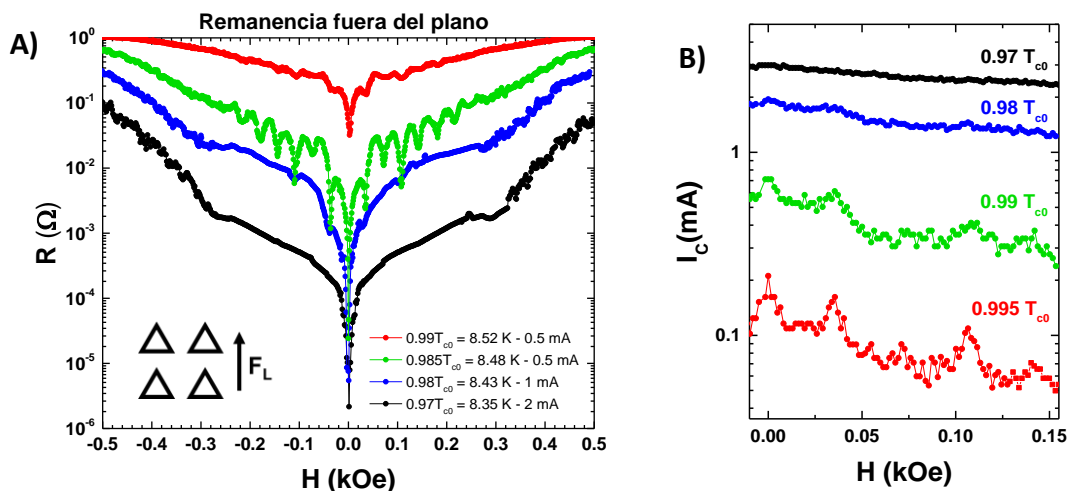


FIGURA 3.7 A) Evolución con la temperatura y la corriente de las curvas R vs H medidas con los triángulos en estado de remanencia fuera del plano. **B)** Evolución con la temperatura de las curvas I_c vs H medidas en remanencia fuera del plano. Ambas curvas han sido medidas con los vórtices moviéndose a lo largo de la dirección base – punta.

Este fenómeno ya ha sido observado en muestras que consisten en películas delgadas de Nb sobre *arrays* de triángulos fabricados con multicapas de Co/Pd³³. Como se muestra en la imagen MFM de la figura 3.8(A), los triángulos de Co/Pd tienen un tamaño suficiente como para dar cabida a dos o tres dominios magnéticos en el estado desimanado. La figura 3.8(B) muestra una imagen MFM del mismo

array en remanencia fuera del plano. Todos los triángulos son monodominio y el campo de fugas está orientado en la misma dirección y sentido que el campo de saturación. El estado desimanado de la red de triángulos de Co/Pd da lugar a la pérdida del efecto de conmensurabilidad con la red de vórtices, por lo que la curvas R vs H no presenta mínimos, como se puede ver en la figura 3.8(C). En cambio, en remanencia fuera del plano se recupera el efecto de conmensurabilidad.

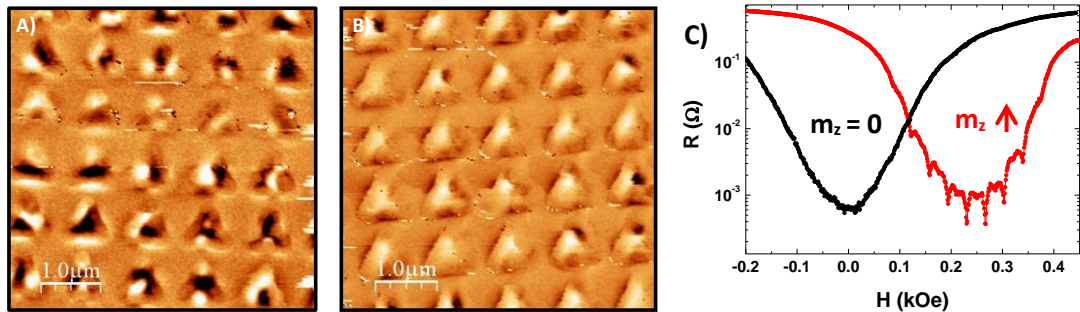


FIGURA 3.8 **A)** Imagen MFM tomada en el estado desimanado de un *array* de triángulos fabricados con multicapas de Co/Pd. Los triángulos tienen 600 nm de base. **B)** Imagen MFM tomada en el estado de remanencia fuera del plano en el mismo array. **C)** Curvas R vs H medidas a $0.99T_{c0}$ para un *array* de triángulos Co/Pd cubiertos por una lámina delgada de Nb. En negro, la curva medida en el estado desimanado. En rojo, la curva medida en el estado de remanencia fuera del plano. Las figuras han sido adaptadas del trabajo de tesis de J. del Valle [33].

Sin embargo, a diferencia del array de triángulos Co/Pd desimanado, en la muestra con triángulos NdCo_5 en remanencia fuera del plano, el efecto de conmensurabilidad aparece cerca de la transición y desaparece conforme la temperatura decrece. Esto se debe a que el tamaño de los dominios en el NdCo_5 es menor, consecuencia de la wPMA que presenta el material. Como se explicó en el capítulo de introducción, el radio del núcleo de un vórtice viene dado por la longitud coherente $\xi = \xi(T)$, que depende de la temperatura. Con el objetivo de obtener experimentalmente la curva $\xi(T)$ se ha medido la variación del segundo campo crítico en función del campo, $H_{c2}(T)$. Como se muestra en la figura 3.9(A), a medida que el campo magnético aplicado aumenta las curvas R vs T se desplazan hacia menores temperaturas, por lo que la T_c disminuye conforme aumenta la intensidad del campo. Extrayendo el valor de T_c (con un criterio $0.5R_n$) de las sucesivas medidas, se construye una curva H_{c2} vs T como la que se muestra en la figura 3.9(B), en la que cada punto proviene de una curva R vs T .

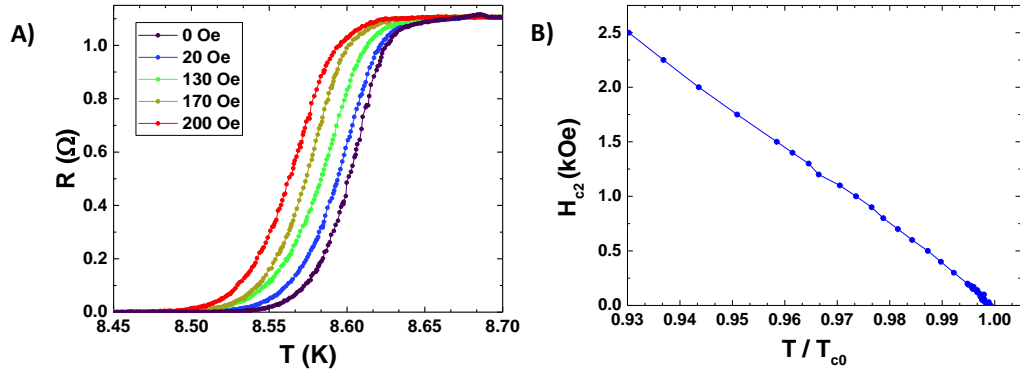


FIGURA 3.9 A) Curvas R vs T medidas a distintos campos. Cuanto mayor es el campo aplicado menor es la temperatura crítica. **B)** Curva H_{c2} vs T/T_{c0} obtenida a partir de sucesivas medidas R vs T tomando un criterio de $0.5R_n$.

La figura 3.10(A) muestra la curva ξ vs T obtenida a partir de la curva de la figura 3.9(B) mediante la expresión:

$$H_{c2}(T) = \frac{\Phi_0}{2\pi[\xi(T)]^2}$$

que ya fue introducida en el capítulo 1 de esta tesis. En esta figura se ha sombreado el régimen de temperaturas en el cual desaparece el efecto de conmensurabilidad, cuando $T < 0.98T_{c0}$, que corresponde tamaños de vórtice del mismo orden que el tamaño de los dominios magnéticos de los triángulos, de anchura $\Lambda/2$. La figura 3.10(B) muestra una imagen MFM realizada en una lámina delgada de NdCo₅ en el estado de remanencia fuera del plano. Mientras que fuera de este régimen ($T > 0.98T_{c0}$) los vórtices son incapaces de distinguir el entramado aleatorio formado por los dominios magnéticos, cuando la temperatura decrece los vórtices son lo suficientemente pequeños como para interaccionar con los dominios individuales. La red de vórtices es incapaz de adoptar el orden geométrico impuesto por la red de triángulos, enmascarado por el desorden magnético. Por tanto, es el tamaño del núcleo de los vórtices, dado por $2\xi(T)$, la longitud característica que determina si los vórtices son sensibles o no al campo de fugas local generado por los dominios magnéticos de los triángulos.

La figura 3.11(A) muestra la simulación del estado de remanencia tras, partiendo del estado *as-grown* (LT) de la figura 3.5(C), saturar una celda de cuatro triángulos con un campo magnético de 3 T a lo largo de la dirección perpendicular al plano, haciendo descender el valor del campo hasta cero a lo largo del ciclo de histéresis. Como se puede ver, la estructura de dominios dentro de cada triángulo es fuertemente desordenada, siendo completamente diferente entre un triángulo y el resto. Este desorden magnético dentro y entre los triángulos se debe a la orientación aleatoria en torno a la dirección perpendicular al plano de los ejes de anisotropía de cada grano del material. De no ser así, el estado de remanencia de todos los triángulos sería monodominio (figura 3.2(B)), con un campo de fugas apuntando en el sentido del campo de saturación. Esto no se corresponde en absoluto con la

dinámica de vórtices resultante de la interacción entre la red de vórtices y la textura magnética de los triángulos en el estado de remanencia fuera del plano.

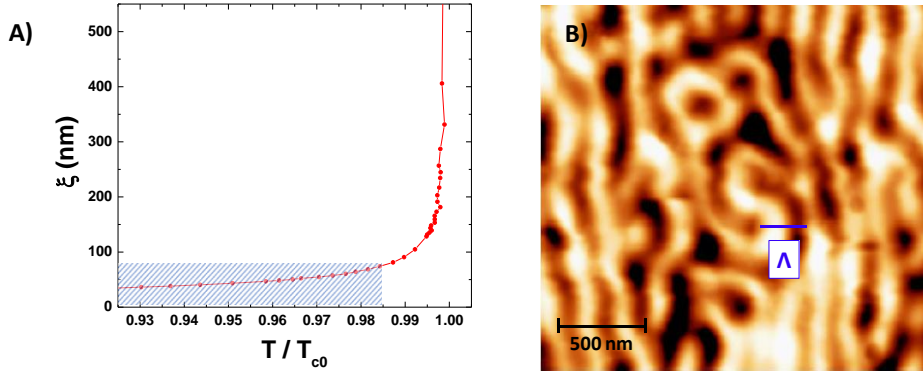


FIGURA 3.10 A) Curva ξ vs T calculada a partir de las medidas de campo crítico frente a temperatura (*inset*) de la muestra de Nb con triángulos de NdCo_5 . **B)** Imagen MFM de una lámina delgada de NdCo_5 de 80 nm de espesor en remanencia tras aplicar un campo magnético a lo largo de la dirección fuera del plano. La imagen ha sido adaptada de la referencia [27].

En la figura 3.11(B) se muestra el campo de fugas generado por los dominios magnéticos de los triángulos en el estado de remanencia fuera del plano a una distancia vertical de 50 nm desde la superficie de los mismos. El cálculo se ha realizado a partir de los datos de obtenidos en la simulación de la figura 3.11(A), mediante un código escrito en Matlab. Si la celda de cuatro triángulos está dividida en $256 \times 256 \times 22$ bloques, cada bloque tiene su propia imanación tras la simulación. El resultado ésta es un conjunto de vectores unitarios $\vec{u}_k = (u_x, u_y, u_z)$, cada uno correspondiente a uno de los bloques de la simulación. Por tanto, el vector \vec{m}_k de cada bloque viene dado por:

$$\vec{m}_k = (M_{s,\text{NdCo}} \cdot \hat{V}) \vec{u}_k$$

siendo \hat{V} el volumen de cada uno de los bloques. El código escrito en Matlab calcula el campo de fugas generado por cada uno de los bloques en todos los puntos de la malla situada a 50 nm sobre la superficie de los triángulos, usando la expresión:

$$\vec{B} = \frac{\mu_0}{4\pi} \left(\frac{3\vec{r}(\vec{m} \cdot \vec{r})}{r^5} - \frac{\vec{m}}{r^3} \right)$$

El campo de fugas resultante se obtiene sumando las contribuciones individuales de cada bloque en cada punto de la malla. La elección de distancia con respecto a los triángulos de 50 nm para el cálculo del campo de fugas se debe a que la lámina de Nb que hay sobre los triángulos tiene un espesor de 100 nm.

En la figura 5.11(B) se puede ver que el campo de fugas generado por los triángulos en el estado de remanencia fuera del plano es completamente aleatorio, siendo esta la causa de la desaparición del

efecto de conmensurabilidad cuando el tamaño de los vórtices es lo suficientemente pequeño como para distinguir los dominios individuales dentro de los triángulos. Además, en este estado de remanencia, la intensidad del campo de fugas fuera de los triángulos sigue sin suficiente como para generar pares vórtice – antivórtice, lo que se traduce en la ausencia de desplazamiento en campo en las curvas R vs H.

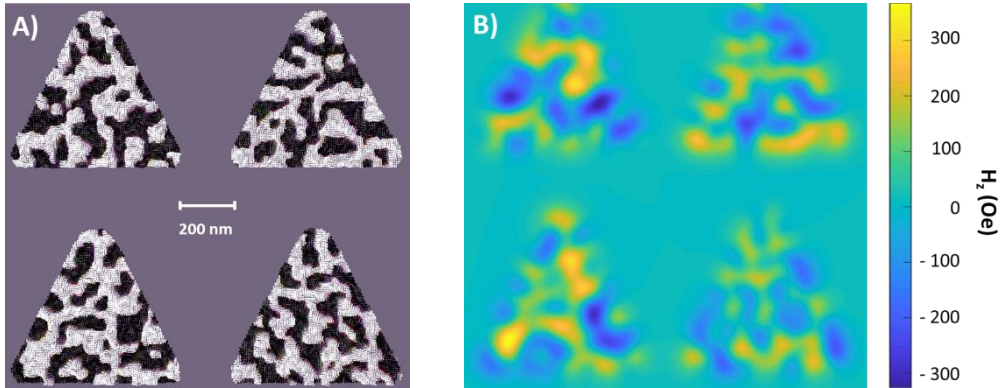


FIGURA 3.11 A) Simulación del estado de remanencia fuera del plano de los triángulos a baja temperatura (LT). En los dominios blancos, la imanación apunta en el sentido positivo de la dirección perpendicular a la superficie de los triángulos, mientras que en los dominios negros la imanación apunta en el sentido contrario. **B)** Cálculo de la componente perpendicular del campo de fuga generado por los triángulos en remanencia fuera de plano a 50 nm de la superficie de los mismos.

3.5 CONCLUSIONES

El trabajo de este capítulo consiste en el estudio de la interacción entre la red de vórtices superconductores y un *array* ordenado de nanoimanes triangulares fabricados con una aleación TM – RT de NdCo₅. A través de medidas de magnetorresistencia es posible sondear el estado de los dominios magnéticos debido a su impacto en la dinámica de vórtices. En concreto, se han estudiado dos de las configuraciones posibles que pueden adoptar los dominios magnéticos en los triángulos: el estado *as – grown* y el estado de remanencia fuera del plano. Las principales conclusiones de este capítulo son:

- El tamaño de los dominios magnéticos juega un papel clave en el anclaje magnético de vórtices superconductores.
- Dominios magnéticos lo suficiente pequeños no generan asimetrías en las curvas de magnetorresistencia, debido a que el campo de fugas generado por los nanoimanes es muy localizado, por lo que no es lo suficientemente intenso en las zonas intersticiales como para generar pares vórtice – antivórtice
- La red de vórtices interacciona con un potencial de anclaje magnético promedio que depende del tamaño del vórtice.
- El desorden magnético dentro de los triángulos es capaz de sobreponerse al potencial de anclaje geométrico ordenado siempre y cuando los vórtices sean lo suficientemente pequeños como para interactuar con los dominios magnéticos individuales.

Bibliografía

- [1] N. F. Berk and J. R. Schrieffer, "Effect of ferromagnetic spin correlations on superconductivity", *Phys. Rev. Lett.* **17**, 433 (1966).
- [2] B. T. Matthias, H. Suhl and E. Corenzwit, "Spin exchange in superconductors", *Phys. Rev. Lett.* **1**, 92 (1958).
- [3] V. L. Ginzburg, "Ferromagnetic superconductors", *Sov. Phys. JETP* **4**, 153 (1957).
- [4] W. A. Fertig, D. C. Johnston, L. E. DeLong, R.W. McCallum and M. B. Maple, "Destruction of superconductivity at the onset of long-range magnetic order in the compound ErRh_4B_4 ", *Phys. Rev. Lett.* **38**, 987 (1977).
- [5] R. W. McCallum, D. C. Johnston, R. N. Shelton, W. A. Fertig and M. B. Maple, "Coexistence of superconductivity and long-range order antiferromagnetic order in the compound $\text{Er}_x\text{Mo}_6\text{Se}_8$ ", *Solid State Commun.* **24**, 501 (1977).
- [6] R. J. Cava, H. Tagaki, H. W. Zandbergen, J. J. Krajewski, W.F. Peck Jr., T. Siegrist, B. Batlogg, R. B. van Dover, R. J. Felder, K. Mizuhashi, J.O. Lee, H. Elsaki, and S. Uchida, "Superconductivity in the quaternary intermetallic compounds $\text{LnNi}_2\text{B}_2\text{C}$ ", *Nature* **367**, 252 (1994).
- [7] P. C. Canfield, P. L. Gammel and D. J. Bishop, "New magnetic superconductors: A toy box for solid-state physicists", *Phys. Today* **51**, 40 (1998).
- [8] B. T. Matthias, H. Shul and E. Corenzwit, "Ferromagnetic superconductors", *Phys. Rev. Lett.* **1**, 449 (1958).
- [9] J. W. Lynn, J. A. Gotaas, R. W. Erwin, R. A. Ferrell, J. K. Bhattacharjee, R. N. Shelton and P. Klavins, "Temperature-Dependent Sinusoidal Magnetic Order in the Superconductor HoMo_6Se_8 ", *Phys. Rev. Lett.* **52**, 133 (1983).
- [10] C. Bernhard, J. L. Tallon, Ch. Niedermayer, Th. Blasius, A. Golnik, E. Brücher, R. K. Kremer, D. R. Noakes, C. E. Stronach and E. J. Ansaldo, "Coexistence of ferromagnetism and superconductivity in the hybrid ruthenate-cuprate compound $\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$ studied by muon spin rotation and dc magnetization", *Phys. Rev. B* **59**, 14099 (1999).
- [11] P. W. Anderson and H. Suhl, "Spin alignment in the superconducting state", *Phys. Rev.* **116**, 898 (1959).
- [12] M. Tachiki, A. Kotani, H. Matsumoto and H. Umezawa, "Superconducting Bloch-wall in ferromagnetic superconductors", *Solid State Commun.* **32**, 599 (1979).
- [13] J. J. Hauser, H. C. Theuerer and N. R. Werthamer, "Proximity Effects between Superconducting and Magnetic Films", *Phys. Rev.* **142**, 118 (1966).
- [14] H. Homma, C. S. L. Chun and I. K. Schuller, "Superconductivity and itinerant-electron magnetism: critical fields of Ni/V superlattices", *Phys. Rev. B* **33**, 3562 (1986).
- [15] Z. Yang, M. Lange, A. Volodin, R. Szymczak, and V. V. Moshchalkov, "Domain - wall superconductivity in superconductor-ferromagnet hybrids", *Nat. Mater.* **3**, 793 (2004).

- [16] V. Vlasko-Vlasov, U. Welp, G. Karapetrov, V. Novosad, D. Rosenmann, M. Iavarone, A. Belkin and W. K. Kwok, "Guiding superconducting vortices with magnetic domain walls", *Phys. Rev. B* **77**, 134518 (2008).
- [17] M. Baert, V. V. Metlushko, R. Jonckheere, V. V. Moshchalkov and Y. Bruynseraede, "Composite flux-line lattices stabilized in superconducting films by a regular array of artificial defects", *Phys. Rev. Lett.* **74**, 3269 (1995).
- [18] J. I. Martín, M. Vélez, A. Hoffmann, I. K. Schuller and J. L. Vicent, "Artificially induced reconfiguration of the vortex lattice by arrays of magnetic dots", *Phys. Rev. Lett.* **83**, 1022 – 1025 (1999).
- [19] J. E. Villegas, S. Savel'ev, F. Nori, E. M. Gonzalez, J. V. Anguita, R. García and J. L. Vicent, "A Superconducting Reversible Rectifier That Controls the Motion of Magnetic Flux Quanta", *Science* **302**, 1188 (2003).
- [20] M. V. Milošević and F. M. Peeters, "Vortex-Antivortex Lattices in Superconducting Films with Magnetic Pinning Arrays", *Phys. Rev. Lett.* **93**, 267006 (2004).
- [21] A. Gomez, E. M. Gonzalez, D. A. Gilbert, M. V. Milošević, Kai Liu and J. L. Vicent, "Probing the dynamic response of antivortex, interstitial and trapped vortex lattices on magnetic periodic pinning potentials", *Supercond. Sci. Technol.* **26**, 085018 (2013).
- [22] J. del Valle, A. Gomez, E. M. Gonzalez, M. R. Osorio, D. Granados and J. L. Vicent, "Superconducting/magnetic Three-state Nanodevice for Memory and Reading Applications", *Sci. Rep.* **5**, 15210 (2015).
- [23] R. C. Taylor, T. R. McGuire, J. M. D. Coey and A. Gangulee, "Magnetic properties of amorphous neodymium-transition-metal films", *J. Appl. Phys.* **49**, 2885 (1978).
- [24] R. Cid, G. Rodríguez-Rodríguez, L. M. Álvarez-Prado, J. Díaz and J. M. Alameda, "Temperature dependence of the anisotropy of amorphous NdCo₅ thin films", *J. Magn. Magn. Mater.* **316**, 446 (2007).
- [25] P. Chaudhari, J. J. Cuomo and R. J. Gambino, "Amorphous metallic films for magneto-optic applications", *Appl. Phys. Lett.* **22**, 337 (1973).
- [26] S. Konings, J. Miguel, J. Goedkoop, J. Camarero and J. Vogel, "Magnetic domain pinning in an anisotropy-engineered GdTbFe thin film", *J. Appl. Phys.* **100**, 033904 (2006).
- [27] L. Ruiz-Valdepeñas, M. Vélez, F. Valdés-Bango, L. M. Álvarez-Prado, J. I. Martín, E. Navarro, J. M. Alameda and J. L. Vicent, "Double percolation effects and fractal behavior in magnetic/superconducting hybrids", *New J. Phys.* **15**, 103025 (2013).
- [28] T. Koikeda, K. Suzuki and S. Chikazumi, "Electron-microscopic observation of 'stripe' or 'densebanded' magnetic domains in nickelrich permalloy films", *Appl. Phys. Lett.* **4**, 160 (1964).
- [29] A. Vansteenkiste, J. Leliaert, M. Dvornik, M. Helsen, F. Garcia-Sanchez and B. van Waeyenberge, "The design and verification of MuMax3", *AIP Adv.* **4**, 107133 (2014).

- [30] R. Alben, J. J. Becker and M. C. Chi, "Random anisotropy in amorphous ferromagnets", *J. Appl. Phys.* **49**, 1653 (1978).
- [31] J. M. Alameda, M. C. Contreras, H. Rubio, F. Briones, D. Givord and A. Lienard, "Co anisotropy in amorphous $Y_{1-x}Co_x$ films", *J. Magn. Magn. Mat.* **67**, 115 (1987).
- [32] V. Rollano, J. del Valle, A. Gomez, M. Velez, L. M. Alvarez-Prado, C. Quiros, J. I. Martin, M. R. Osorio, D. Granados, E. M. Gonzalez and J. L. Vicent, "Magnetic order and disorder in nanomagnets probed by superconducting vortices", *Sci. Rep.* **8**, 12374 (2018).
- [33] J. del Valle, "Efectos mesoscópicos y longitudes características en sistemas superconductores", Universidad Complutense de Madrid, Madrid (2015).

4

EFFECTO *RATCHET* TOPOLÓGICAMENTE PROTEGIDO POR POTENCIAL DE ANCLAJE HEXAGONAL

4.1 INTRODUCCIÓN

Para este capítulo se ha diseñado un dispositivo en el cual el potencial de anclaje sobre el que se mueven los vórtices superconductores es generado por un sistema magnético frustrado denominado pseudo *spin – ice*. Este sistema magnético presenta una topología de tipo panal de abeja o *honeycomb lattice*, completamente simétrica. Como se verá en profundidad, en este tipo de sistemas frustrados aparecen cargas magnéticas; siendo posible ordenar o desordenar su distribución mediante la orientación del campo magnético aplicado, paralelo a la superficie de la muestra. Esto permite modificar el potencial de anclaje por completo y estudiar su influencia en el efecto de conmensurabilidad. Las cargas magnéticas presentes en el *spin – ice* presentan una forma asimétrica, haciendo posible utilizar el dispositivo como un rectificador pese a la geometría completamente simétrica del *spin – ice*.

4.2 FRUSTRACIÓN MAGNÉTICA EN SISTEMAS DE TIPO *SPIN – ICE*

Un sistema frustrado es aquel en el que la simetría del mismo impide satisfacer la condición de mínima energía en todas las interacciones que hay entre cada pareja de elementos individuales que lo forman¹. El primer sistema frustrado conocido, además de ser el más común, es el hielo cristalino.

En el hielo, cada átomo de oxígeno se encuentra rodeado por otros cuatro oxígenos en disposición tetraédrica. Esto puede verse en la figura 4.1(A). El enlace entre dos oxígenos está mediado por un átomo de hidrógeno. Debido a que la molécula de agua consiste en dos átomos de hidrógeno y un átomo de oxígeno, cada oxígeno tiene que tener dos hidrógenos cerca y dos lejos. Esta es la regla de Pauling o *ice rule*². La orientación de una molécula concreta depende de la orientación de sus cuatro próximos vecinos, pero no depende directamente de la orientación de las moléculas más distantes. Por tanto, es imposible minimizar la energía de interacción de todas las parejas hidrógeno – oxígeno. El hielo es un sistema frustrado.

Este argumento es igualmente aplicable a los sistemas que consisten en estructuras de nano-imanen en las que las interacciones magnéticas entre ellos están forzadas a competir entre sí. De forma natural, esto ocurre en los pirocloros, materiales en los que los momentos magnéticos de sus átomos se comportan de forma análoga a las orientaciones relativas de las moléculas de agua en el hielo³. Por ejemplo, en el $\text{Ho}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ se tiene que los iones Ho^{3+} ocupan las esquinas de un tetraedro centrado en un ion de Ti^{4+} . En estos compuestos el magnetismo tiene su origen en los momentos magnéticos de Ho^{3+} , que se orientan siguiendo la regla del *spin – ice*: dos momentos magnéticos entran y dos momentos magnéticos salen del tetraedro. Este comportamiento de tipo *spin – ice* emerge de la interacción magnética y la anisotropía cristalina del material. La regla del *spin – ice* queda ilustrada en la figura 4.1(B), en la que aparece uno de estos tetraedros. En la figura 4.1(C), tomada de la referencia [3], se muestra un esquema de la celda unidad cúbica del $\text{Ho}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$. La red entera sigue la regla del *spin – ice* cumpliéndose en todos los tetraedros que dos momentos entran y dos momentos salen.

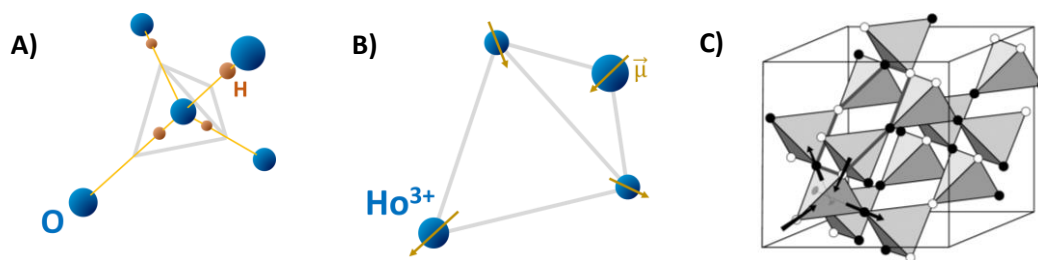


FIGURA 4.1 A) Ilustración de las posiciones de los átomos de H y O en el hielo cristalino. En el interior del tetraedro se encuentra una molécula de agua que está rodeada por otras cuatro moléculas orientadas siguiendo la regla de Pauling [1]. **B)** Disposición tetraédrica de los iones Ho^{3+} en el $\text{Ho}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$. Se han representado los momentos magnéticos siguiendo la regla de *spin – ice*. **C)** Esquema de una celda cúbica de $\text{Ho}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$. Solo se han representado los iones Ho^{3+} y sus momentos magnéticos. En uno de los tetraedros aparecen dibujados momentos magnéticos en forma de flecha. Por claridad, el resto de tetraedros la dirección entrante o saliente de estos momentos magnéticos queda representada por el color del ion Ho^{3+} .

Sin embargo, a nivel práctico resulta muy complicado conocer por completo la configuración de la red de espines en estos materiales. Por ello, en las últimas dos décadas se ha recurrido a las técnicas de nanofabricación para crear sistemas artificiales que sigan la regla del *spin – ice*. En estos sistemas se tiene control absoluto de la geometría y es posible estudiar los elementos individuales que forman la red de espines. El primer ejemplo de *spin – ice* artificial es el fabricado por Wang *et al.*⁴. En este trabajo se estudia un análogo bidimensional de los pirocloros. Este *spin – ice*, el cual se muestra esquemáticamente en la figura 4.2(A), consiste en una red cuadrada de barras de permaloy ($\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$). El lado largo de las barras alterna su dirección entre los dos ejes principales de la red cuadrada. Las barras son lo suficientemente pequeñas (220 nm de largo y 80 nm de ancho) y delgadas (25 nm de espesor), por lo que son monodominio. Cada barra es un dipolo magnético cuyo momento juega el papel de los espines de Ho^{3+} en el $\text{Ho}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$. La figura 4.2(B) muestra una imagen MFM de este *spin – ice* artificial. Si se piensa solo en la interacción entre dos barras, la figura 4.2(C) muestra las alineaciones energéticamente favorables y desfavorables. La figura 4.2(D) muestra las seis interacciones posibles entre los cuatro dipolos que convergen en un vértice, siendo imposible minimizar la energía de interacción para todas las parejas. En la figura 4.2(E) se muestran las cuatro posibles configuraciones que el conjunto de los cuatro momentos magnéticos puede adoptar en un vértice. Estas configuraciones están etiquetadas del I al IV, siendo I la de menor energía. Pese a ser I la configuración de menor energía, únicamente minimiza la energía en cuatro de las seis parejas posibles, como muestra la figura 4.2(E). Por tanto, el sistema está frustrado.

Sin embargo, la imagen MFM de la figura 4.2(A) revela una gran proporción de vértices en la configuración III que no cumplen las reglas del *spin – ice*. También se observa que, de las cuatro configuraciones posibles sólo la configuración I tiene remanencia cero en el plano, lo que se debe a que no todos los seis enlaces posibles entre barras en un mismo vértice son equivalentes^{5,6}. De hecho, a baja temperatura este tipo de *spin – ice* de red cuadrada sufre una transición de fase a una configuración antiferromagnética en la que todos los vértices se encuentran en la configuración I y la circulación de los momentos magnéticos en torno a uno de los cuadrados es de sentido contrario a la de sus primeros vecinos (orden de tipo antiferromagnético). Es decir que, de forma general, los *spin – ice* de red cuadrada van a transitar a un estado ordenado antiferromagnético a bajas temperaturas⁷.

Una configuración más estable de *spin – ice*, en tanto que no presentan transiciones al bajar la temperatura, es la de geometría de panal de abeja o *spin – ice* de tipo hexagonal. El primer ejemplo de este tipo es el de Tanaka *et al.*⁸. Este es un tipo de *spin – ice* equivalente al de un material pirocloro con un campo magnético aplicado a lo largo de la dirección $[1\ 1\ 1]$; es decir, a lo largo de la dirección que une la cúspide del tetraedro con su base, como se muestra en la figura 4.3(A)⁹. La proyección bidimensional de los momentos distribuidos en las bases de los tetraedros tiene la misma distribución, como se ilustra en la figura 4.3(B).

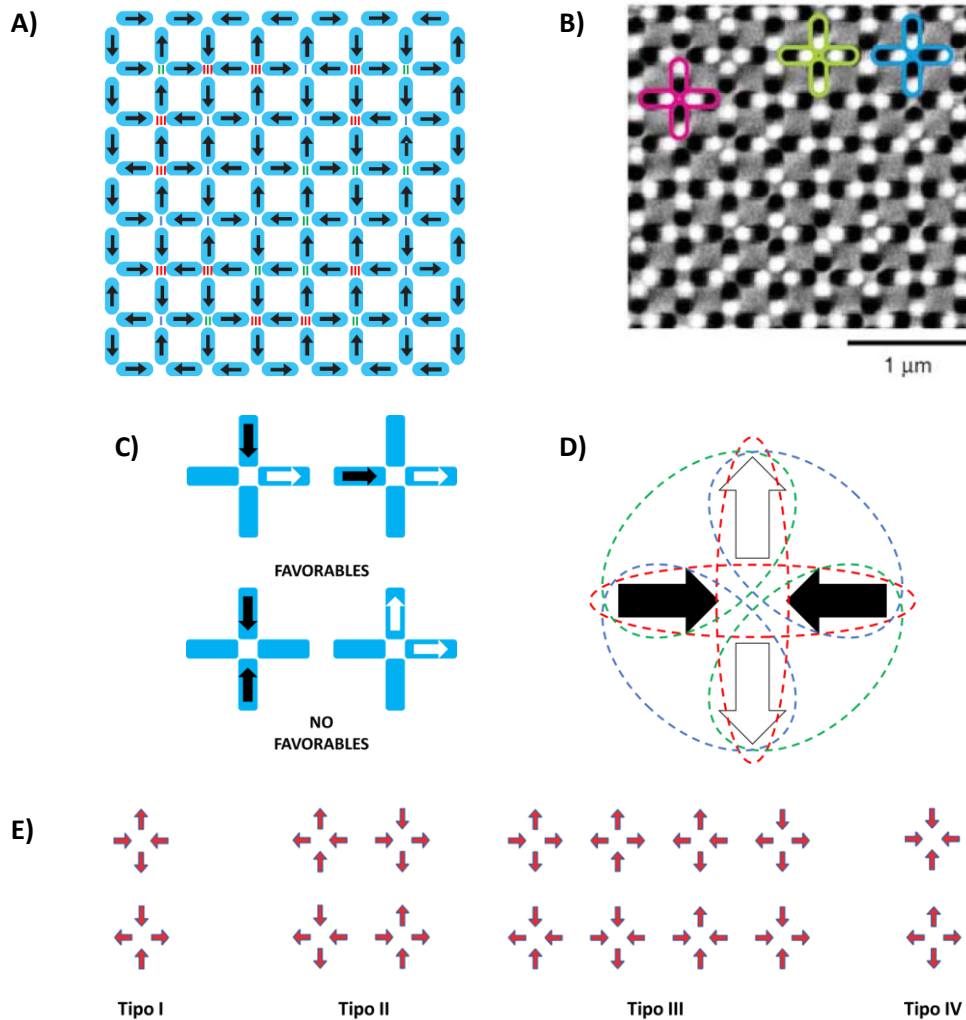


FIGURA 4.2 A) Esquema de la disposición de momentos magnéticos en la imagen MFM anterior. En cada vértice se tiene el tipo de configuración que adoptan los momentos magnéticos en azul, verde y rojo para los tipos I, II y III respectivamente. **B)** Imagen MFM del spin – ice artificial de [4]. Cada barra está dividida en dos mitades, blanca y negra, que corresponden una de las dos orientaciones del campo de fugas en la dirección perpendicular al plano de la muestra. Estas dos polaridades definen un momento magnético en cada barra. Esta imagen pone de manifiesto la estructura monodominio de las barras. Hay tres vértices rodeados en rosa, azul y verde, que corresponden a las configuraciones I, II y III respectivamente. **C)** Ilustración de las configuraciones favorables y no favorables entre dos barras del mismo vértice. **D)** Esquema de la configuración de tipo I, la de menor energía, en la que se muestran en rojo las dos configuraciones desfavorables y en verde y azul las cuatro configuraciones favorables. (las figuras A, B, C y D son adaptadas de la referencia [4]). **E)** Las cuatro configuraciones distintas que pueden adoptar los cuatro momentos magnéticos en un mismo vértice.

El *spin – ice* hexagonal de Tanaka et al. está fabricado también con Permalloy. Las barras tienen las dimensiones adecuadas (400 nm de largo, 50 nm de ancho y 20 nm de espesor) para ser monodominio. En la figura 4.3(C) se muestra una imagen esquemática de este sistema, en el que las barras están unidas entre sí en los vértices. Aquí, las interacciones dipolares entre las barras que confluyen en un mismo vértice son equivalentes. A diferencia del *spin – ice* de Wang *et al.*, este otro se trata de uno continuo; las barras están unidas en los vértices. Esta es una diferencia importante, ya que provoca la aparición de cargas magnéticas en vértices, como se muestra en la imagen MFM de la figura 4.3(D), que se deben a una divergencia de la magnetización en cada vértice. En dicha imagen se tienen contrastes brillantes u oscuros en función de si el campo de fuga de la carga magnética apunta en un sentido o en el otro, a lo largo de la dirección perpendicular al plano de la muestra. Cuando entran dos momentos magnéticos se tiene una zona de contraste claro, mientras que cuando salen dos momentos magnéticos se tiene una zona de contraste oscuro.

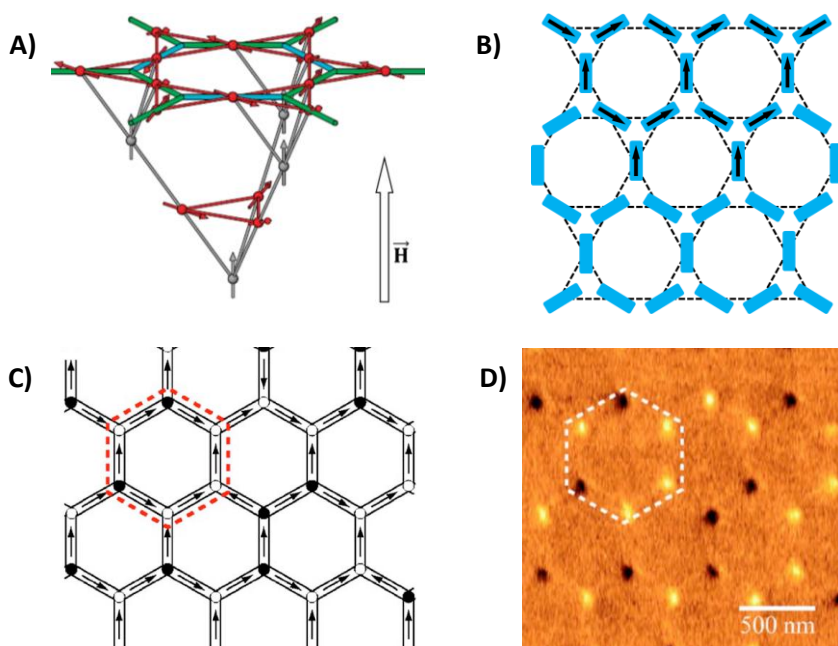


FIGURA 4.3 **A)** Esquema de la proyección 2D (en color) de la celda unidad de un material pirocloro (en gris) con el campo magnético aplicado en la dirección perpendicular al plano de proyección, la dirección $[1\ 1\ 1]$. **B)** Ilustración de la proyección 2D anterior. Los triángulos formados por las líneas diagonales son las bases de los tetraedros del sistema 3D. **C)** Esquema del *honeycomb spin – ice* de la referencia [8]. Los puntos blancos y negros de los vértices representan las cargas magnéticas. Cada barra tiene una flecha que indica la dirección de la imanación. **D)** Imagen MFM de la referencia [8] que corresponde al esquema anterior. Los contrastes blancos y negros corresponden a las cargas magnéticas de los vértices. El hexágono rodeado con línea discontinua es el mismo hexágono que se indica en el esquema anterior.

Al ser tres los momentos magnéticos que convergen en un mismo vértice, los *spin – ice* hexagonales son también denominados de tipo pseudo *spin – ice*. Esto se debe a que siguen una versión particular de la regla de *spin – ice*, llamada reglas de pseudo *spin – ice*: de los tres momentos magnéticos de un mismo vértice, dos entran y uno sale, o uno entra y dos salen. En el primer caso se tiene un vértice con una zona de contraste blanco y en el segundo caso de contraste negro¹⁰. Las reglas de pseudo *spin – ice* quedan recogidas en la figura 4.4. Por simplicidad, durante el resto del capítulo se prescindirá de la denominación pseudo para referirse al *spin – ice* hexagonal.

En este capítulo se estudia la interacción de la red de vórtices con las cargas magnéticas de un *spin – ice* hexagonal. Este tipo de sistema frustrado es ideal para el estudio de su interacción con la red de vórtices superconductores



FIGURA 4.4 Reglas de pseudo *spin – ice*. Los círculos de color blanco y negro representan la orientación del campo de fuga de la carga ubicada en el vértice. En verde están representadas las configuraciones permitidas; en la primera fila las que corresponden a las cargas de contraste oscuro y en la segunda línea las que corresponden a un contraste claro. En rojo están representados los dos estados no permitidos que incumplen las reglas de pseudo *spin – ice*.

A continuación, se describirá el proceso de fabricación de la muestra, se mostrará y discutirá la caracterización magnética del *spin – ice* y, por último, se verá la influencia del sistema frustrado en la dinámica de vórtices superconductores.

4.3 FABRICACIÓN DEL SISTEMA HÍBRIDO *SPIN – ICE* / SUPERCONDUCTOR

Se han fabricado dos redes hexagonales de Co: una de ellas ha sido utilizada para la caracterización magnética, mientras que la segunda ha sido utilizada servido para la fabricación del sistema híbrido y la posterior caracterización eléctrica. Ambos *spin – ice* fueron fabricados a la vez mediante litografía electrónica y *sputtering*, siguiendo el procedimiento descrito en el capítulo 2. Tras la deposición del Co, el *lift off* de la resina ha sido realizado en un baño de acetona aplicando ultrasonidos. Como se observa en la imagen SEM de la figura 4.5(A), el lado interior de los hexágonos tiene una longitud de 300 nm, la anchura de las barras es de 150 nm y el espesor de 20 nm. Las dimensiones del *spin – ice*

han sido escogidas para el estudio de la interacción entre la red de cargas magnéticas y la red de vórtices superconductores. El segundo *spin – ice* fue cubierto por una lámina delgada de Nb de 100 nm de espesor depositada mediante *sputtering*. El puente de medida fue transferido al Nb por medio de litografía óptica y RIE, tal y como se detalla en el capítulo 2.

4.4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las reglas de pseudo *spin – ice* rigen el comportamiento de los momentos magnéticos de las barras de Co que forman la estructura hexagonal sobre la que se mueven los vórtices superconductores en el sistema híbrido *spin – ice* / superconductor. La configuración del potencial de anclaje generado por el *spin – ice* emerge entonces de dichas reglas. Como se verá mediante medidas de magnetotransporte, es posible conocer la configuración de las cargas magnéticas del *spin – ice* a través de su influencia en la dinámica de los vórtices superconductores que se mueven sobre ellas.

4.4.1 Caracterización magnética: protección topológica en el *spin – ice*

Uno de los dos *spin – ice* fabricados ha sido caracterizado mediante MFM. La figura 4.5(B) muestra una imagen MFM del estado *as – grown*, cuando ningún campo magnético ha sido aplicado a la muestra. En esta imagen destacan dos detalles importantes. Primero, que pese a no tener historia magnética el *spin – ice* presenta cargas magnéticas en los vértices. Esto se debe a que dichas cargas magnéticas están topológicamente protegidas por la geometría de panal de abeja. Segundo, en el estado *as – grown* la distribución de cargas magnéticas es desordenada.

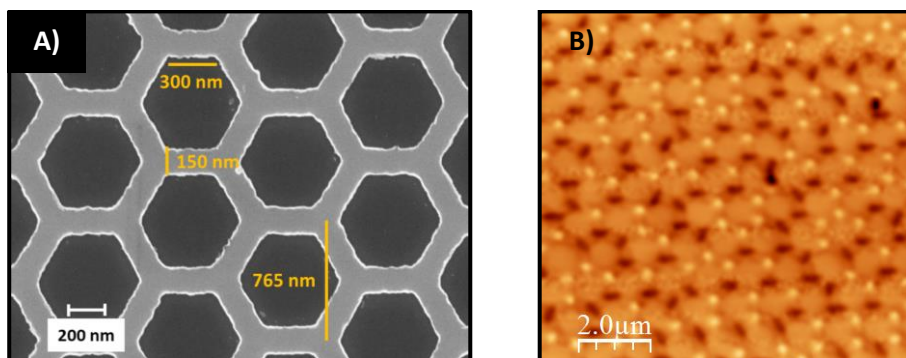


FIGURA 4.5 A) Imagen SEM de varias celdas unidad del *spin – ice* hexagonal utilizado en este capítulo.
B) Imagen MFM del estado *as – grown*. Nótese el desorden de las cargas magnéticas.

La multitud de configuraciones posibles que pueden adoptar los momentos magnéticos de las barras de cobalto dan lugar a una gran multitud de estados que pueden clasificarse en dos grupos, en función de si la red de cargas magnéticas está ordenada o desordenada. La figura 4.6(A) muestra los ejes fáciles y difíciles del *spin – ice* hexagonal. Los ejes fáciles son las direcciones paralelas a las nanobarras, mientras que los ejes difíciles son las direcciones perpendiculares a las mismas. Cuando se aplica el

campo magnético a lo largo de uno de los tres ejes fáciles, las cargas magnéticas se ordenan. Este estado ordenado, que se muestra en la imagen MFM de la figura 4.6(B), se denomina Ice II. En cambio, cuando el campo magnético es aplicado a lo largo de uno de los tres ejes difíciles, las cargas magnéticas se desordenan. Este estado desordenado, que se muestra en la imagen MFM de la figura 4.6(C), se denomina Ice I. El estado *as - grown* que se muestra en la figura 4.5(B) también pertenece al grupo de configuraciones Ice I.

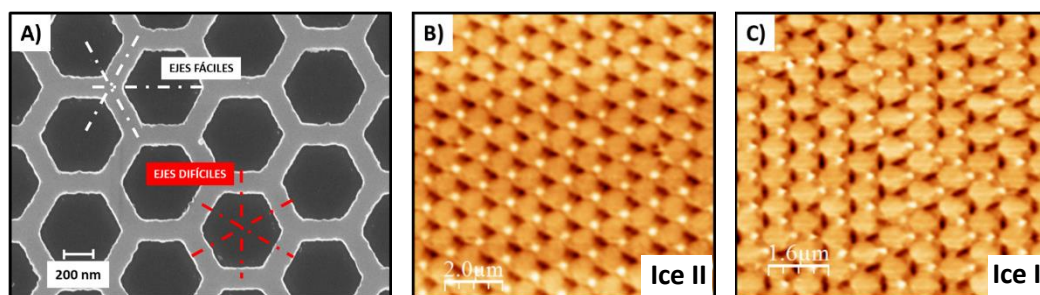


FIGURA 4.6 A) Imagen SEM con los tres ejes fáciles en blanco y los tres ejes difíciles en rojo. B) Remanencia tras aplicar 1.5 T a lo largo de un eje fácil. Las cargas magnéticas se ordenan. Este estado ordenado se denomina Ice II. C) Remanencia tras aplicar 7 T a lo largo de un eje difícil. Las cargas magnéticas están ahora desordenadas. Este estado desordenado se denomina Ice I.

La geometría de tipo hexagonal hace que sea posible modificar la distribución de las cargas magnéticas en el *spin - ice* aplicando un campo magnético paralelo al plano de la muestra. Es posible cambiar la configuración de las cargas magnéticas entre uno y otro estado simplemente aplicando un campo paralelo en la dirección adecuada, pudiendo ir del estado Ice I al estado Ice II de forma reversible.

La protección topológica en los vértices se puede entender fácilmente estudiando un material magnético con un agujero circular en su centro. Esta situación se ilustra en la figura 4.7(A). En esta simulación OOMMF se tiene un agujero de 2 μm de diámetro en una lámina de material con anisotropía uniaxial. La figura 4.7(B) muestra la realización experimental de esta simulación: una imagen MFM tomada en una lámina de $\text{Co}_{84}\text{Zr}_{16}$ de 40 nm de espesor con un agujero de 2 μm de diámetro¹¹. La imanación discurre rodeando el círculo, siendo el eje vertical la dirección de anisotropía. Por tanto, en las cercanías del agujero, el material se encuentra dividido en dos dominios magnéticos en función de si el sentido de giro de la imanación en el plano es horario o antihorario. Estos dos dominios se encuentran en los dos puntos singulares situados en los cortes entre el eje de anisotropía y el círculo, formándose dos parejas de paredes de Néel cargadas. Son puntos singulares porque en ellos la imanación tiene dos direcciones opuestas. Aparecen dos defectos topológicos o semivórtices magnéticos de vorticidad $-\frac{1}{2}$, que anclan las paredes de Néel, generando las cargas magnéticas¹². La protección topológica es debida a que los dos semivórtices no pueden aniquilarse, puesto que siempre habrá entre ellos una distancia igual al diámetro del círculo. Si se rota la

imanación del sistema, los dos semivórtices rotan con la imanación, pero la topología del sistema impide que se encuentren y se aniquilen entre sí.

Las cargas magnéticas aparecen debido a que la topología del sistema fuerza a la imanación a rotar. Por tanto, hay zonas en las que la divergencia del momento magnético es distinta de cero, lo que implica una densidad no nula de cargas magnéticas. En las figuras 4.17(A) y 4.17(B) la variación de contraste representa la variación de la densidad de cargas magnéticas. Por lo general, la rotación en las paredes de Néel no es uniforme, por lo que la densidad de cargas magnéticas es mayor justo en las zonas de mayor contraste, el núcleo de las paredes de Néel¹³.

Otro detalle importante es que el perfil MFM de las paredes de Néel es asimétrico. La figura 4.7(C) muestra estos perfiles tomados a lo largo de las direcciones b1 y b2 de la figura 4.7(B), mientras que la figura 4.7(D) muestra el perfil en el caso simulado. Un lado de la pared tiene una larga cola, a lo largo de la cual la densidad de cargas magnéticas varía lentamente. Tras atravesar el núcleo se tiene un cambio abrupto en el signo de la densidad de carga magnética, reflejado en un cambio de color en el contraste. Tras esto, el perfil vuelve rápidamente a cero. Esto se debe a que la imanación rota lentamente antes de encontrarse con uno de los dos puntos singulares, por lo que hay poca acumulación de carga magnética. En cambio, tras encontrarse con el defecto topológico, la imanación tiende rápidamente a alinearse con el eje de anisotropía.

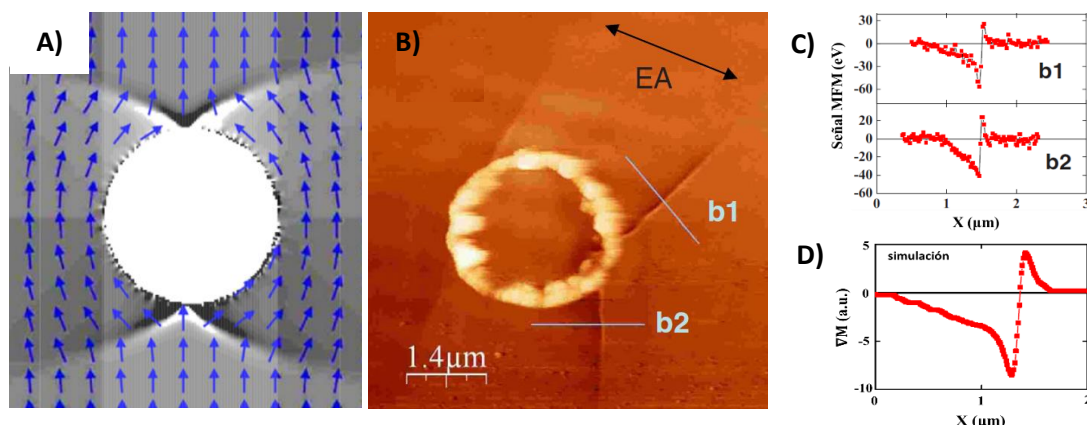


FIGURA 4.7 Imágenes adaptadas de la referencia [13] **A)** Imagen de la simulación de una lámina de material magnético con anisotropía uniaxial en el plano con un agujero de $2\ \mu\text{m}$ de diámetro en su centro. Las flechas azules indican la dirección de la imanación del material. La escala de grises representa la divergencia de la imanación, que es proporcional a la densidad de cargas magnéticas. **B)** Imagen MFM de una lámina de $\text{Co}_{84}\text{Zr}_{16}$ con un agujero en el centro. Las dos parejas de paredes de Néel salen desde los puntos en los que el eje de anisotropía (EA) corta el círculo. Las diferencias de contraste representan la densidad de cargas magnéticas. **C)** Perfil MFM a lo largo de las líneas b1 y b2 de la figura (B). La señal MFM es proporcional a la densidad de cargas magnéticas. El perfil es asimétrico con respecto al núcleo de la pared. **D)** Simulación del perfil MFM a lo largo de una de las paredes de Néel de la figura (A). De nuevo, el perfil es asimétrico con respecto al núcleo de la pared.

Esta situación es topológicamente equivalente a la de un *spin – ice* hexagonal. La geometría hexagonal fuerza a la imanación a rotar, rodeando el agujero hexagonal. En los vértices del hexágono hay puntos singulares en los que se encuentran las imanaciones que provienen de cada barra. Al igual que en el caso circular, estos puntos singulares provocan la aparición de defectos topológicos - $\frac{1}{2}$ ¹⁴.

4.4.2 Caracterización magnética: simulación micromagnética del *spin – ice* mediante MuMax³

Se han realizado simulaciones micromagnéticas en MuMax³ ¹⁵ para compararlas con las imágenes MFM realizadas en el segundo *spin – ice* y poder conocer con detalle la textura magnética en los vértices. En la simulación la celda unidad del *spin – ice* ha sido discretizada en volúmenes de $4 \times 4 \times 2.5 \text{ nm}^3$. Se han aplicado condiciones de contorno periódicas para generar una red hexagonal completa. Los parámetros magnéticos utilizados en las simulaciones son los típicos del Co: $M_s = 1.4 \times 10^6 \text{ A/m}$ para la imanación de saturación y $A = 3 \times 10^{-11} \text{ J/m}$ para la constante de canje. Se ha tomado $K = 0 \text{ J/m}^3$ para la constante de anisotropía en el plano debido a que es muy baja comparada con la anisotropía de forma de las barras, por lo que resulta despreciable a la hora de realizar simulaciones¹⁶. La visualización de los datos vectoriales correspondientes a la imanación en remanencia resultantes de las simulaciones fue posible gracias al programa MuView. Las imágenes MFM simuladas que aparecen en este capítulo fueron realizadas simulando la interacción de una punta magnética con las barras de Co a 50 nm sobre la muestra. La visualización de los datos escalares de la simulación del escaneo MFM, así como de los perfiles tomados a lo largo de una línea, fue posible gracias a un código escrito en Matlab.

En remanencia siempre hay dos defectos topológicos - $\frac{1}{2}$ por agujero hexagonal como se puede ver en la simulación de la figura 4.8(A), lo que implica que siempre habrá dos paredes de Néel cargadas en cada vértice. La figura 4.8(B) muestra uno de los vértices más de cerca. En el punto singular, allí donde se encuentran las dos direcciones de la imanación, aparece el defecto topológico - $\frac{1}{2}$ en el que la imanación está forzada a rotar 120° por la geometría hexagonal del sistema. La figura 4.8(C) muestra el contraste MFM simulado. Al igual que en el caso circular, del defecto topológico salen dos paredes de Néel cargadas con un perfil asimétrico, como se muestra en las figuras 4.8(D) y 4.8(E), que corresponden a perfiles indicados en rojo y azul en la simulación del contraste MFM de la figura 4.8(C). La topología de panal de abeja protege a estos dos defectos topológicos, evitando que desaparezcan. De hecho, como se ha señalado previamente, en el estado *as – grown* las cargas magnéticas aparecen en los vértices incluso cuando el sistema no tiene historia magnética.

En las imágenes MFM de las figuras 4.5(B) y 4.7(C) del estado *Ice I*, se puede ver claramente que no todos los defectos topológicos se encuentran orientados a lo largo de la misma dirección. Cada vértice tiene tres posibles puntos donde puede anclar un defecto topológico. Estos tres puntos son equivalentes. Cuando se aplica un campo magnético a lo largo de una de los ejes fáciles (*Ice II*) los defectos topológicos anclan en los puntos situados a lo largo de esta dirección. Pero cuando se aplica

un campo magnético a lo largo de uno de los ejes difíciles (Ice I), no se da preferencia a ninguno de los tres puntos posibles de anclaje dentro de un vértice, por lo que el estado Ice I es uno altamente degenerado, ya que hay un gran número de configuraciones equivalentes con la misma energía. Esta degeneración tiene importantes consecuencias a la hora de estudiar la interacción entre la red de vórtices y el *spin – ice*.

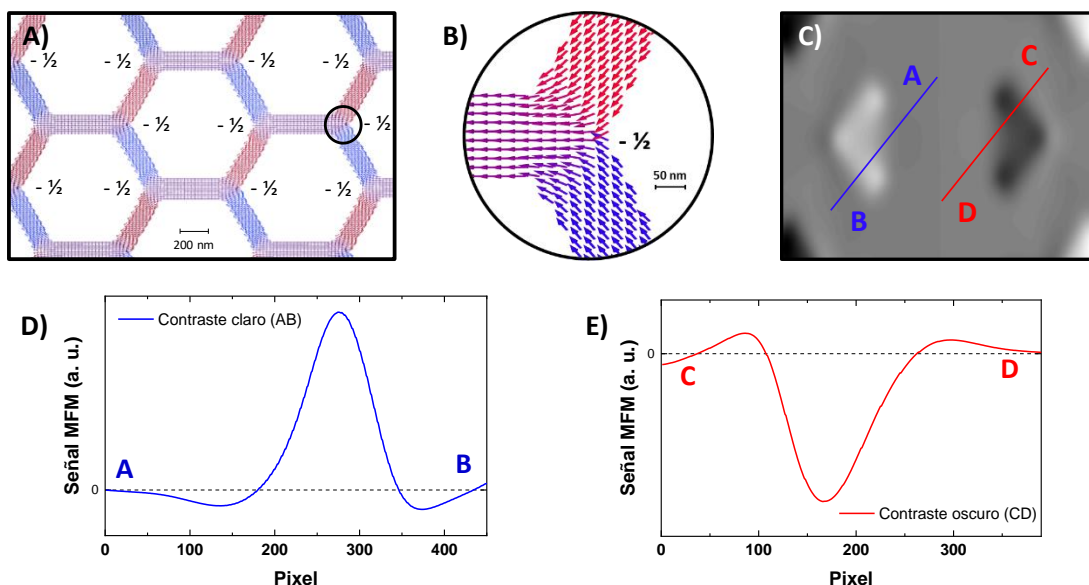


FIGURA 4.8 A) Simulación de varias celdas de la red hexagonal de Co. La simulación corresponde al estado de remanencia tras aplicar 1.5 T a lo largo de una de una de tres las direcciones en las cuales están orientadas las barras. Los defectos topológicos $-\frac{1}{2}$ están situados en esta dirección. **B)** Simulación de la imanación a lo largo de uno de los vértices de la red hexagonal. La rotación de la imanación viene impuesta por la topología hexagonal. **C)** Simulación de la imagen MFM de una de las barras en el mismo estado de remanencia que las dos imágenes anteriores. En los vértices se tienen dos cargas magnéticas de signo opuesto. Las dos líneas AB y CD atraviesan transversalmente las paredes de Néel situadas en estos dos vértices. **D)** Simulación del perfil MFM a lo largo de la dirección AB. **E)** Simulación del perfil MFM a lo largo de la dirección CD.

4.4.3 Medidas de transporte: conmensurabilidad entre la red de vórtices y la red de cargas del *spin – ice*

Sobre el *spin – ice* hexagonal descrito en las secciones anteriores se ha depositado una lámina delgada de Nb superconductor, de temperatura crítica a campo cero R vs H $T_{c0} = 8.4$ K, con el objetivo de estudiar cómo se mueven los vórtices superconductores cuando interaccionan con un sistema magnético frustrado. A la hora de definir el puente de medida en la lámina de Nb que hay sobre el *spin – ice* se ha alineado una de las direcciones de inyección de corriente con uno de los ejes fáciles del sistema magnético, como se muestra en la imagen SEM de la figura 4.9(A). Por tanto, la otra dirección a través de la cual es posible inyectar corriente, perpendicular a la anterior, queda alineada

con uno de los ejes difíciles. Como se explicó en la sección 1.1.3 del primer capítulo, el movimiento de los vórtices es perpendicular a la dirección de la corriente aplicada. Por tanto, con este puente de medida es posible estudiar la dinámica de vórtices moviéndolos a lo largo de un eje fácil y de un difícil, como se muestra en las figuras 4.9(B) y 4.9(C).

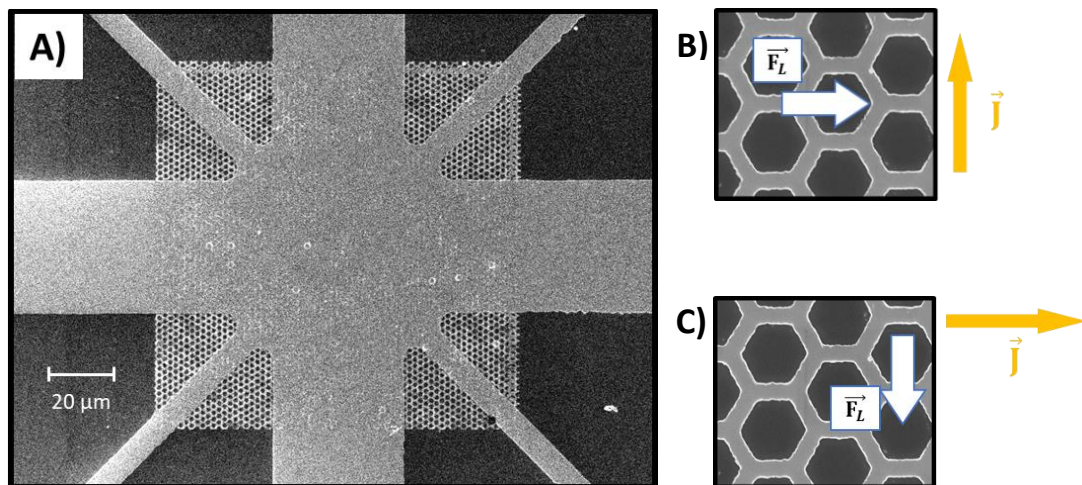


FIGURA 4.9 A) Imagen SEM del spin – ice con el puente de Nb encima tras el proceso de RIE. **B)** Al inyectar corriente (\vec{J}) a lo largo de un eje difícil, los vórtices se mueven a lo largo del eje fácil perpendicular (\vec{F}_L). **C)** Al inyectar corriente a lo largo de un eje fácil, los vórtices se mueven a lo largo del eje difícil perpendicular (\vec{F}_L).

Por tanto, de ahora en adelante el movimiento de los vórtices solo puede ser a lo largo de uno de estos dos ejes alineados con el puente de medida. A efectos prácticos, para las medidas de transporte solo se han considerado estos dos ejes: el eje fácil y el eje difícil. Todas las curvas R vs H que se muestran han sido realizadas aplicando campo magnético de baja intensidad, el cual no modifica el estado magnético del *spin – ice*, a lo largo de la dirección perpendicular al plano de la muestra. En cambio, los cambios entre las dos configuraciones (Ice I y Ice II) del *spin – ice* se realizan aplicando un campo magnético de alta intensidad (> 1 T) paralelo al plano de la muestra. El portamuestras rotador hace posible hacer todo esto sin extraer la muestra del criostato.

Las primeras medidas R vs H realizadas en el sistema son en el estado *as – grown* del *spin – ice*. En este estado la configuración de las cargas magnéticas es desordenada (Ice I), como se puede ver en la imagen MFM de la figura 4.10(A), tomada en el estado *as – grown*. Por tanto, tal y como se muestra en las figuras 4.10(B) y 4.10(C), estas medidas no presentan los mínimos característicos del efecto de conmensurabilidad entre la red de vórtices y el *spin – ice*. El desorden de las cargas magnéticas impide que la red de vórtices adapte su geometría a la de la red hexagonal, geométricamente ordenada. El desorden magnético anula el orden estructural de la corrugación introducida por la red hexagonal

bajo el superconductor¹⁷. La figura 4.10(A) muestra la medida R vs H para los vórtices moviéndose a lo largo del eje fácil. La figura 4.10(B) muestra la medida R vs H para los vórtices moviéndose a lo largo del eje difícil.

Al aplicar un campo magnético a lo largo de uno de los ejes fáciles las cargas magnéticas se ordenan. Como se muestra en la imagen MFM de la figura 4.11(A), el *spin-ice* pasa a estar en el estado Ice II. En remanencia, todos los defectos topológicos se sitúan a lo largo de la dirección del campo. Como se muestra en las figuras 4.11(B) y 4.11(C), en esta configuración del *spin-ice* las curvas R vs H muestran la estructura de mínimos característica del efecto de conmensurabilidad, por lo que la red de vórtices adopta la geometría ordenada impuesta por la red de cargas magnéticas. Las medidas han sido realizadas en las mismas condiciones de corriente y temperatura que las curvas R vs H medidas en el estado *as-grown* de las figuras 4.10(A) y 4.10(B).

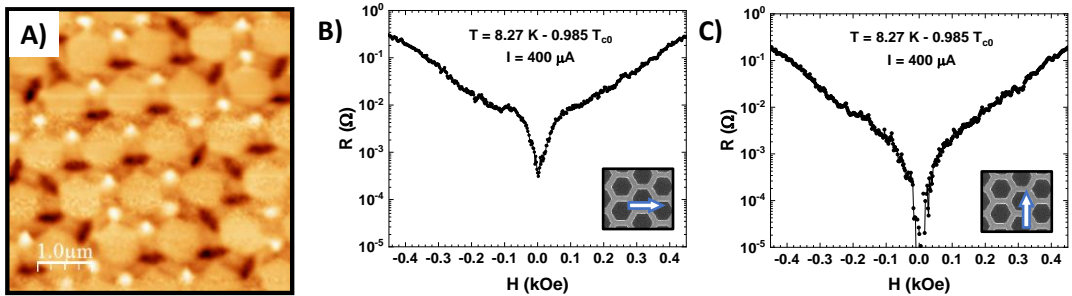


FIGURA 4.10 A) Imagen MFM del *spin-ice* en el estado *as-grown*. Las cargas magnéticas se encuentran en la configuración desordenada (Ice I). B) y C) Medidas R vs H tomadas a 8.27 K con una corriente de medida de 400 μA con los vórtices moviéndose (flecha azul en los *inset*) a lo largo de un eje fácil (B) y a lo largo de un eje difícil (C). En las dos curvas se ha indicado esquemáticamente la dirección en la que se mueven los vórtices.

En la figura 4.11(D) se muestra una curva R vs H medida en el estado Ice II con los vórtices moviéndose a lo largo del eje fácil de imanación a más baja temperatura que en la curva mostrada en la figura 4.11(B). De esta curva se han extraído las posiciones en campo de los mínimos, cuyo ajuste lineal se muestra en la figura 4.11(E). La periodicidad de estos mínimos es la que cabe esperar de una red de vórtices que conmensura con una red triangular de lado 765 nm, longitud que corresponde a la separación entre una carga magnética y su vecina más próxima del mismo signo, como se muestra en la figura 4.11(F). La expresión para calcular el primer campo de *matching* para una red triangular es $H_1 = 1.156 \phi_0/a^2$. Para un espaciado $a = 765$ nm, el campo de *matching* teórico es $H_1 = 40.2$ Oe. Por tanto, para campos iguales a un número entero del primer campo de *matching*, los vórtices conmensuran con la red triangular formada por las cargas de un mismo signo. Dado que la dirección del campo magnético aplicado determina la polaridad de los vórtices, los mínimos correspondientes a campos negativos serán debidos a la conmensurabilidad con las cargas magnéticas del mismo signo, mientras que los mínimos correspondientes a campos positivos serán debidos a la conmensurabilidad con las cargas de signo positivo.

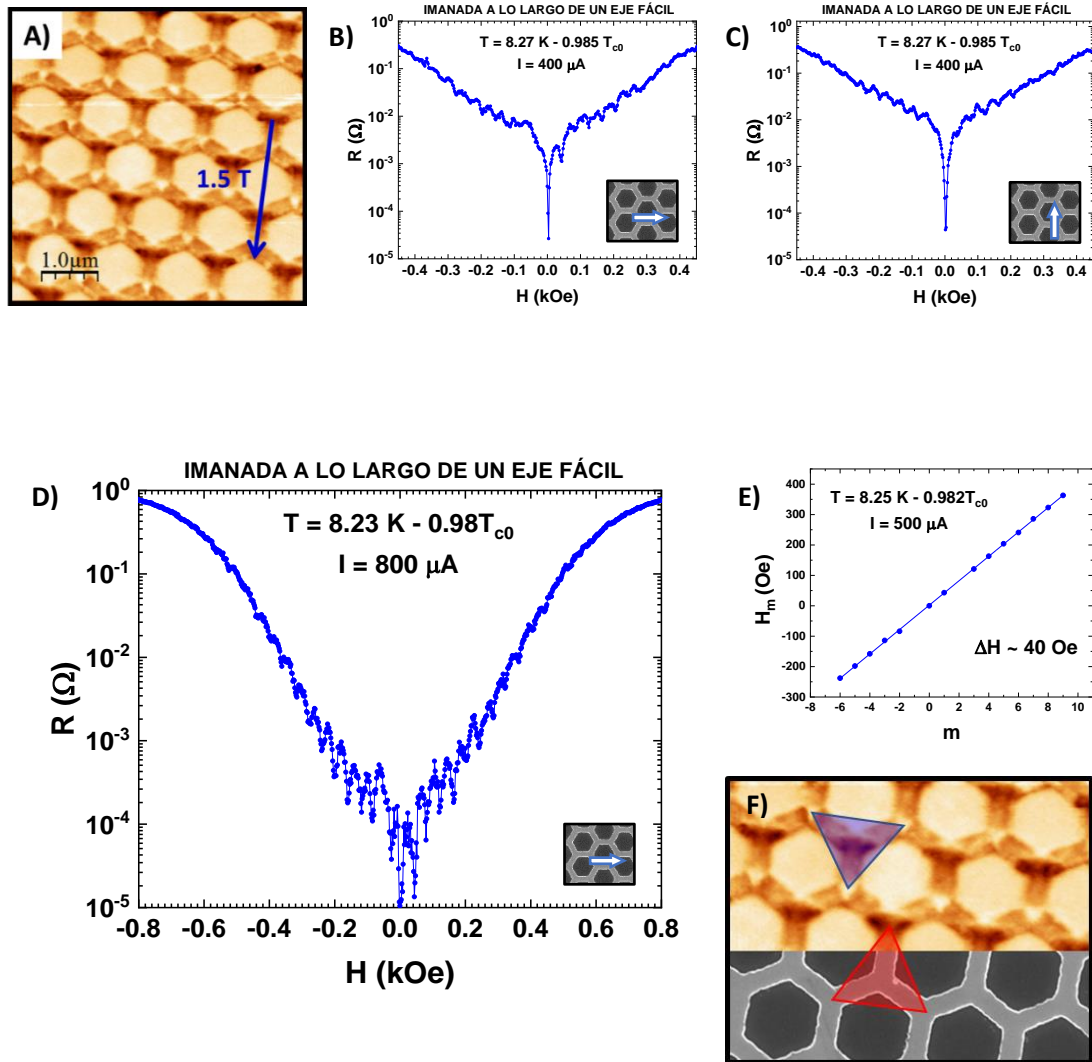


FIGURA 4.11 A) Imagen MFM del *spin – ice* en remanencia tras aplicar un campo magnético de 1.5 T (flecha azul) a lo largo de un eje fácil. El sistema se encuentra en el estado Ice II (cargas magnéticas ordenadas). B) y C) Medidas R vs H tomadas a 8.27 K con una corriente de medida de 400 μA con los vórtices moviéndose, como se indica con la flecha azul en los *inset*, a lo largo del eje fácil paralelo al campo empleado para imanar el *spin – ice* (B) y a lo largo del eje difícil perpendicular (C). Ambas direcciones de medida presentan la estructura de mínimos característica del efecto de conmensurabilidad. D) Curva R vs H medida a 8.23 K y con una corriente de 800 μA inyectada a lo largo del eje difícil, por lo que los vórtices se mueven a lo largo del eje fácil (flecha azul del *inset*). E) Ajuste lineal de la posición en campo de los mínimos en la curva R vs H de la figura (D). F) Ilustración de la celda unidad de la red triangular de cargas magnéticas con la que conmensura la red de vórtices. En azul la celda unidad de la red que conmensura con los vórtices de una polaridad y en rojo la celda unidad de la red que conmensura con los vórtices de la polaridad contraria.

Una vez en el estado Ice II es posible volver al estado Ice I aplicando un campo magnético a lo largo de uno de los ejes difíciles. En la figura 4.12(A) se muestran las curvas R vs H medidas en los estados Ice I (en rojo) y Ice II (en azul) con los vórtices moviéndose a lo largo de un eje fácil. La figura 4.12(B) muestra las curvas R vs H para estos dos estados, pero con los vórtices moviéndose a lo largo de un eje difícil. Al volver al estado desordenado de la red de cargas magnéticas se pierde de nuevo la conmensurabilidad entre la red de vórtices y la red de cargas magnéticas en el *spin-ice*. En la figura 4.12(C) se muestra una imagen MFM del *spin-ice* tras haber aplicado un campo magnético de 7 T a lo largo de un eje difícil.

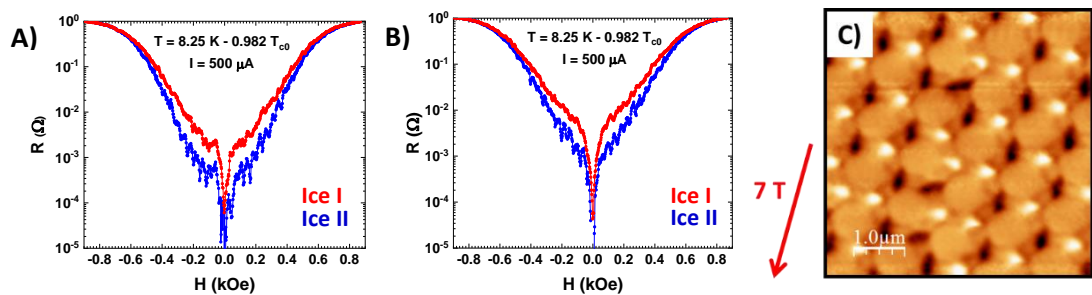


FIGURA 4.12 Curvas R vs H medidas en los estados Ice I (rojo) y Ice II (azul) a 8.25 K y con una corriente de medida de 500 μA . En la figura (A) los vórtices se mueven a lo largo de un eje fácil. En la figura (B) los vórtices se mueven a lo largo de un eje difícil. (C) Imagen MFM de varias celdas hexagonales tras imanar el *spin-ice* con un campo de 7 T a lo largo de un eje difícil. El *spin-ice* se encuentra en el estado Ice I.

4.4.4 Medidas de transporte: efecto *ratchet* en el estado Ice II

Las curvas R vs H presentadas hasta ahora no presentan diferencias entre ambas direcciones del movimiento. Desde el punto de vista geométrico, la red hexagonal es completamente simétrica, por lo que por sí sola no es capaz de generar el potencial asimétrico necesario para el efecto *ratchet* superconductor. En cambio, el perfil asimétrico de las paredes de Néel ancladas en los vértices las convierte en protagonistas de esta parte del capítulo, ya que aportan una asimetría local capaz de dar lugar al efecto *ratchet*. Por tanto, se ha utilizado el efecto *ratchet* superconductor para estudiar la interacción de los vórtices superconductores con la asimetría magnética introducida por los defectos topológicos. El potencial asimétrico en el que se mueven los vórtices es por tanto de origen puramente magnético¹⁹. Con el objetivo de simplificar su interpretación, todas las medidas de efecto *ratchet* de este capítulo han sido realizadas en el primer campo de *matching* para campos positivos ($H = H_1$) y negativos ($H = -H_1$). Es decir, en todas las medidas se tiene un vórtice por carga magnética del mismo signo.

Al tener el puente de medida alineado con uno de los ejes fáciles y uno de los ejes difíciles, es posible mover los vórtices a lo largo de dichas direcciones. Como se introdujo en el apartado 1.1.3 del capítulo 1, al inyectar una corriente I_{AC} a lo largo de una de las dos direcciones del puente de medida, aparece

un voltaje V_{DC} , consecuencia de la rectificación del movimiento de los vórtices por parte del potencial asimétrico introducido por los defectos topológicos del *spin-ice*.

La figura 4.13(A) muestra el resultado de estas medidas para el estado Ice II. Las cargas están ordenadas y por tanto los todos defectos topológicos se encuentran a lo largo de la dirección de imanación. En la figura 4.13(B) se muestra el contraste MFM simulado de dos vértices en el estado ordenado. Los vórtices se mueven a lo largo de la dirección sobre de la línea amarilla AB de la figura. Es decir, se mueven a lo largo de la dirección de imanación. Las figuras 4.13(C) y 4.13(D) muestran el perfil MFM simulado y medido a lo largo de dicha línea. Al atravesar las regiones cargadas los vórtices se mueven sobre perfiles asimétricos que definen una dirección fácil del movimiento (y por tanto una dirección difícil). Aunque la señal AC introducida tenga un promedio cero a lo largo de un ciclo completo, el movimiento neto de los vórtices es distinto de cero y por tanto se mide un voltaje DC distinto de cero.

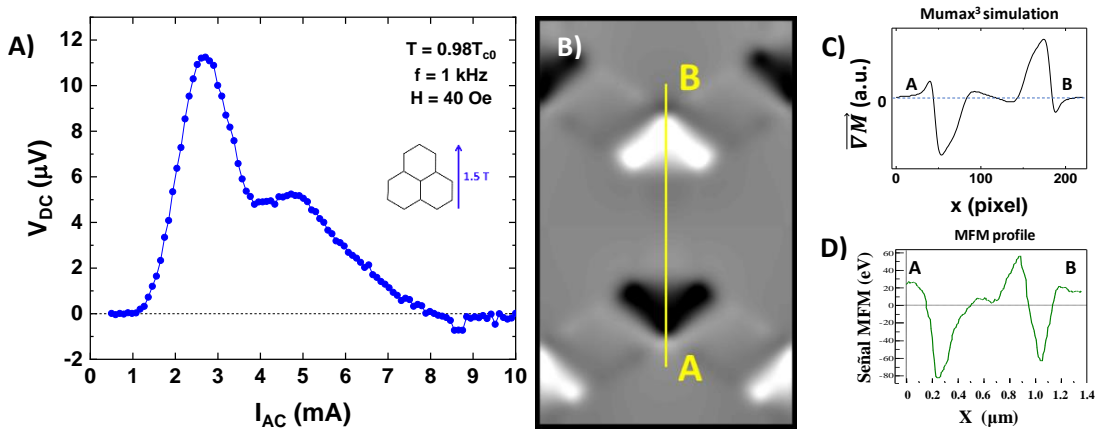


FIGURA 4.13 A) Curva V_{DC} vs I_{AC} , medida a 8.23 K en el estado Ice II, que muestra la rectificación del movimiento de los vórtices debida al potencial asimétrico introducido por el *spin-ice*. B) Simulación del contraste MFM de dos vértices del *spin-ice* en la configuración Ice II. La línea AB amarilla indica la dirección a lo largo de la cual se mueven los vórtices. C) Perfil MFM simulado a lo largo de la línea AB. D) Medida MFM del mismo perfil.

La figura 4.14 muestra esquemáticamente el análisis del movimiento de los vórtices a lo largo de este perfil asimétrico (línea AD). Para el campo de *matching* H_1 , las cargas magnéticas de contraste claro atraen vórtices y las cargas magnéticas de contraste oscuro los repelen. Por tanto, el perfil asimétrico a lo largo de la línea AD está compuesto por un pozo de potencial (contraste claro) y una barrera de potencial (contraste oscuro). El pozo y la barrera son asimétricos, consecuencia de que las cargas magnéticas estén formadas por dos paredes de Néel cargadas. El núcleo de las paredes de Néel (pendientes A y D) presenta una variación abrupta en la imanación, mientras que, en la cola, la variación en la imanación es más suave (pendientes B y C). En su movimiento, los vórtices son sensibles a la pendiente de estos perfiles, ya que una pendiente abrupta produce una fuerza atractiva

o repulsiva mayor que una pendiente suave. Por tanto, la diferencia entre las pendientes A y B (C y D) en el pozo (barrera) definen un sentido fácil (flechas blancas en la figura 4.14) y un sentido difícil (flechas negras pequeñas en la figura 4.14) para el movimiento de los vórtices. En suma, el conjunto de ambas cargas produce sentido fácil del movimiento que, para H_1 va de las cargas negras a las cargas blancas.

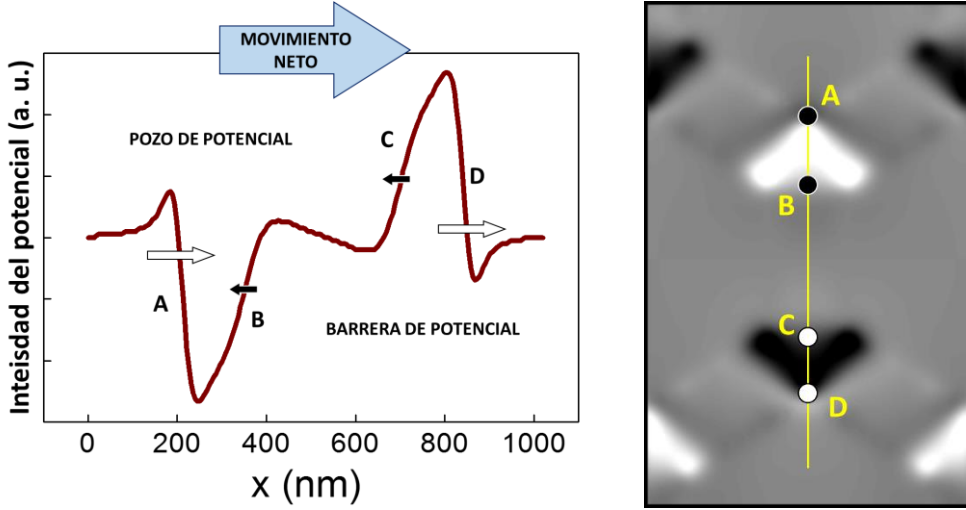


FIGURA 4.14 Esquema del sentido fácil para el movimiento de los vórtices creado por el perfil asimétrico de las cargas magnéticas en los vórtices a lo largo de la línea AD. A la derecha, sobre la simulación del contraste se han indicado los puntos más significativos del perfil. Las pendientes A y D corresponden a los núcleos de las paredes de Néel, en los que hay cambios abruptos en la imanación. Los puntos B y C corresponden a las colas de las paredes, a lo largo de las cuales la imanación varía más lentamente.

Para asegurar el origen magnético del efecto *ratchet* superconductor se ha procedido de la forma habitual. Cambiando, o bien la polaridad de los vórtices, o bien el sentido del campo aplicado para imanar el *spin-ice*, se puede corroborar su origen magnético a través de los cambios de signo en la señal V_{DC} . Como se explicó en el capítulo 1, el campo eléctrico producido por los vórtices al moverse viene dado por el producto vectorial $\vec{E} = \vec{B} \times \vec{v}$, donde \vec{E} es el vector de campo eléctrico generado por los vórtices en movimiento (en el plano de la muestra y paralelo a la corriente aplicada), \vec{B} el vector de campo magnético (perpendicular al plano de la muestra) y \vec{v} la velocidad de los vórtices (en el plano de la muestra y perpendicular a la corriente aplicada).

Cuando el potencial asimétrico es de origen geométrico, la velocidad de los vórtices \vec{v} nunca cambia de signo; es decir, el sentido fácil para el movimiento de vórtices es siempre el mismo, ya que sólo depende de la geometría de las nanoestructuras. Si el efecto *ratchet* es de origen geométrico, cambiar \vec{B} de signo ($\vec{B}' = -\vec{B}$) implica un cambio en el signo de \vec{E} :

$$\vec{E}' = \vec{B}' \times \vec{v} = -\vec{B} \times \vec{v} = -\vec{E}$$

Por tanto, si el origen del efecto *ratchet* es geométrico, cambiar la polaridad de los vórtices supone un cambio en el signo de V_{DC} .

La figura 4.15(A) muestra la señal *ratchet* para el primer campo de *matching* positivo ($H = H_1$), mientras que la figura 4.15(B) muestra la señal *ratchet* para el primer campo de *matching* negativo ($-H_1$). En ambas medidas los vórtices se mueven a lo largo del eje fácil, y el *spin-ice* se encuentra en un estado Ice II tras imanar con un campo de 1.5 T a lo largo del mismo eje fácil. Comparando ambas curvas se puede ver que, al cambiar el signo del campo aplicado de H_1 a $-H_1$ los vórtices cambian de polaridad, pero la señal *ratchet* no cambia de signo. Esto se debe a que cambiar de signo la polaridad de los vórtices también cambia el sentido fácil del movimiento ($\vec{v}' = -\vec{v}$), y por tanto se tiene que:

$$\vec{E}' = \vec{B}' \times \vec{v}' = -\vec{B} \times (-\vec{v}) = \vec{E}$$

lo que implica que el origen del efecto *ratchet* es magnético, ya que cambiar la polaridad de los vórtices no supone un cambio en el signo de la señal V_{DC} . Debido a su origen magnético, el potencial asimétrico sobre el que se mueven los vórtices depende de la polaridad de los mismos. Los esquemas que acompañan a cada curva de las figuras 4.15 ilustran esta situación. Cambiar la polaridad de los vórtices implica un cambio en el sentido fácil del movimiento.

La figura 4.15(C) muestra la curva V_{DC} vs I_{AC} medida en $H = -H_1$ tras imanar con -1.5 T a lo largo del mismo eje fácil en el que se mueven los vórtices. Tal y como se ha explicado previamente, al cambiar el signo del campo de imanación a lo largo de un eje fácil el orden de las cargas se invierte; las barreras y los pozos de potencial intercambian lugares, por lo que el perfil asimétrico introducido por las paredes de Néel se invierte. Comparado con la curva de la figura 4.15(B), esto da lugar a un cambio en el signo de V_{DC} , ya que el sentido fácil del movimiento se invierte ($\vec{v}' = -\vec{v}$), pero la polaridad de los vórtices \vec{B} se ha mantenido constante:

$$\vec{E}' = \vec{B} \times \vec{v}' = \vec{B} \times (-\vec{v}) = -\vec{E}$$

Por tanto, entre la figura 4.15(B) y la figura 4.15(C) hay un cambio de signo, ya que se ha invertido la dirección de la imanación. Esta situación está ilustrada en el esquema bajo la figura 4.15(C); al invertirse la orientación de las paredes de Néel, ha cambiado el sentido fácil del movimiento. Tras esto, no queda duda del origen puramente magnético de este efecto *ratchet*, producido por la interacción entre los vórtices superconductores y los perfiles asimétricos de las paredes de Néel.

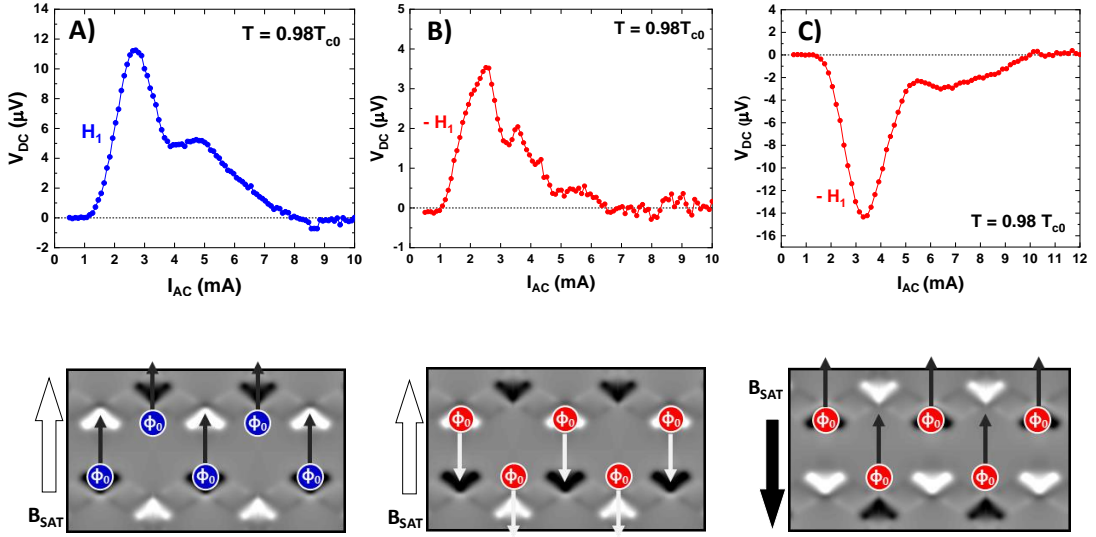


FIGURA 4.15 Curvas V_{DC} vs I_{AC} medidas a 8.23 K en tres condiciones distintas, siempre en el estado Ice II. Los vórtices (Φ_0) se mueven siempre a lo largo de la dirección del eje fácil a lo largo del cual se ha aplicado el campo para ordenar las cargas. Bajo cada gráfica se indica la distribución de cargas (contraste blanco/negro), el sentido del campo aplicado en el plano para ordenar las cargas (B_{SAT} , flecha lateral) y el sentido fácil del movimiento definido por el perfil asimétrico de las cargas (flechas negras o blancas). **A)** Primer campo de *matching* positivo ($H = H_1$) tras aplicar un campo en el plano de $B_{SAT} = 1.5$ T a lo largo del eje fácil. **B)** Primer campo de *matching* negativo ($H = -H_1$) tras aplicar un campo en el plano de $B_{SAT} = 1.5$ T a lo largo del eje fácil. **C)** Primer campo de *matching* negativo ($H = -H_1$) tras aplicar un campo en el plano de $B_{SAT} = -1.5$ T a lo largo del eje fácil.

4.4.5 Medidas de transporte: efecto *ratchet* en el estado Ice I

A diferencia del estado Ice II, en el estado Ice I no hay correlación entre el signo de una carga y sus cargas vecinas, lo que implica que las paredes de Néel están orientadas de forma aleatoria. Pese a ello, en el estado Ice I se sigue midiendo una señal V_{DC} cuando se inyecta una corriente alterna I_{AC} . La figura 4.16(A) muestra una curva V_{DC} vs I_{AC} medida en el estado Ice I, con los vórtices moviéndose a lo largo del mismo eje fácil que en las medidas de la sección anterior.

Aún sin existir conmensurabilidad entre la red de vórtices y las cargas magnéticas, el *spin-ice* proporciona el potencial asimétrico necesario para definir una dirección fácil de movimiento para los vórtices. Esto implica que no es necesario un potencial ordenado para generar efecto *ratchet*. En este sistema, el origen del efecto *ratchet* está en la suma de las asimetrías locales de todas las cargas magnéticas. En el estado Ice I, las paredes de Néel pueden encontrarse en una de las tres orientaciones posibles, ya que el defecto topológico - $\frac{1}{2}$ puede estar en cualquiera de los seis vértices del hexágono. Los vórtices, que se mueven siempre a lo largo del mismo eje fácil que en el apartado anterior, las atravesarán siguiendo tres posibles trayectorias. Una de estas trayectorias atraviesa la

carga magnética a lo largo de la dirección que muestra la figura 4.15(B), la misma dirección que en el estado Ice II. Las otras dos trayectorias posibles son las líneas AB (azul) y CD (negro) que se muestran en la figura 4.16(B). Las tres trayectorias discurren a lo largo de un eje fácil. Sin embargo, a diferencia de en el estado ordenado, en el estado Ice I los vórtices cruzan las paredes de Néel de las tres formas posibles. Las trayectorias AB y CD también presentan perfiles asimétricos, como se muestra en la simulación de la figura 4.16(C) y en la medida MFM de la figura 4.16(D). De nuevo, el núcleo de la pared de Néel es una pendiente abrupta, mientras que la cola es una pendiente más suave.

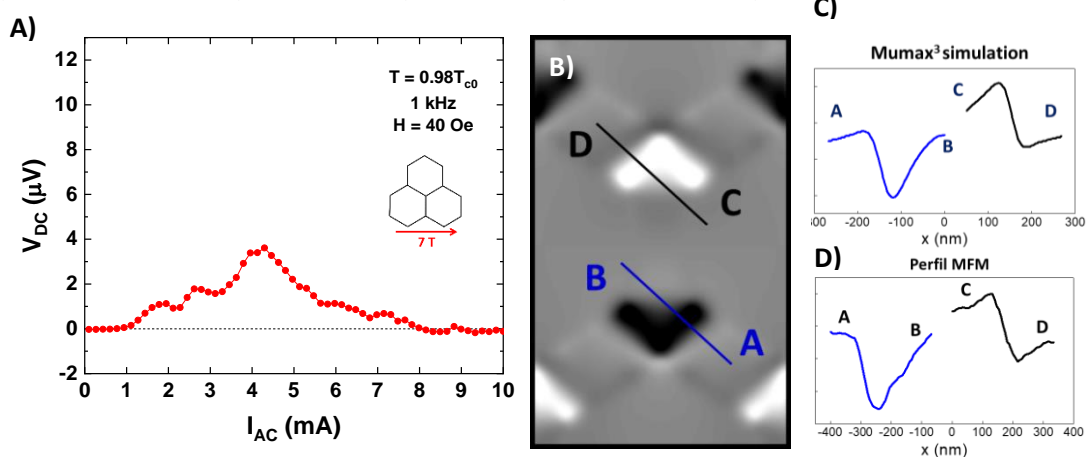


FIGURA 4.16 A) Curva V_{DC} vs I_{AC} , medida a 8.23 K en el estado Ice I. B) Simulación del contraste MFM que producen dos cargas magnéticas de signo opuesto. Las líneas AB (azul) y CD (negro) indican la dirección a lo largo de la cual se mueven los vórtices. C) Perfil MFM simulado a lo largo de las líneas AB y CD. D) Medida MFM los mismos perfiles.

El efecto *ratchet* medido en el estado Ice I es mucho más difícil de interpretar que en el estado Ice II, precisamente debido a la aleatoriedad en la orientación de las paredes con respecto a la dirección a lo largo de la cual se mueven los vórtices (el eje fácil). Por ello, el análisis del efecto *ratchet* en el estado desordenado requiere realizar un muestreo de las orientaciones de las paredes de Néel a partir de las imágenes MFM, tal y como se muestra en las figuras 4.17(A-E).

La orientación de todos los momentos magnéticos de la muestra no es completamente simétrica; la imanación total es distinta de cero. La figura 4.17(A) muestra la imagen MFM del estado Ice I, a partir de la cual se han podido extraer las imanaciones individuales de cada barra, como se muestra en la figura 4.17(B). Este esquema ha sido realizado atendiendo a la orientación de las cargas en la imagen MFM de la figura 4.17(A) y siguiendo las reglas de pseudo *spin-ice*. La figura 4.17(C) muestra el recuento de estas imanaciones individuales. Las figuras 4.17(D) y 4.17(E) muestran la orientación de cada una de las paredes de Néel individuales. Hay una remanencia \vec{M}_r prácticamente paralela al campo de imanación aplicado a lo largo del eje fácil para ordenar las cargas antes de pasar al estado desordenado aplicando un campo a lo largo del eje difícil. Esta imanación remanente resulta en que la orientación de las paredes de Néel ancladas en los vértices no es completamente aleatoria; la

imanación remanente rompe la simetría entre las doce posibles orientaciones para los defectos topológicos – $\frac{1}{2}$, indicadas en los *insets* de las figuras 4.17(D) y 4.17(E). Al romperse la simetría, de las asimetrías locales en cada uno de los defectos topológicos emerge un sentido fácil resultante para el movimiento de los vórtices, lo que acaba resultando en un efecto rectificador, incluso en el estado Ice I, cuando no existe conmensurabilidad entre la red de vórtices y la red de cargas magnéticas.

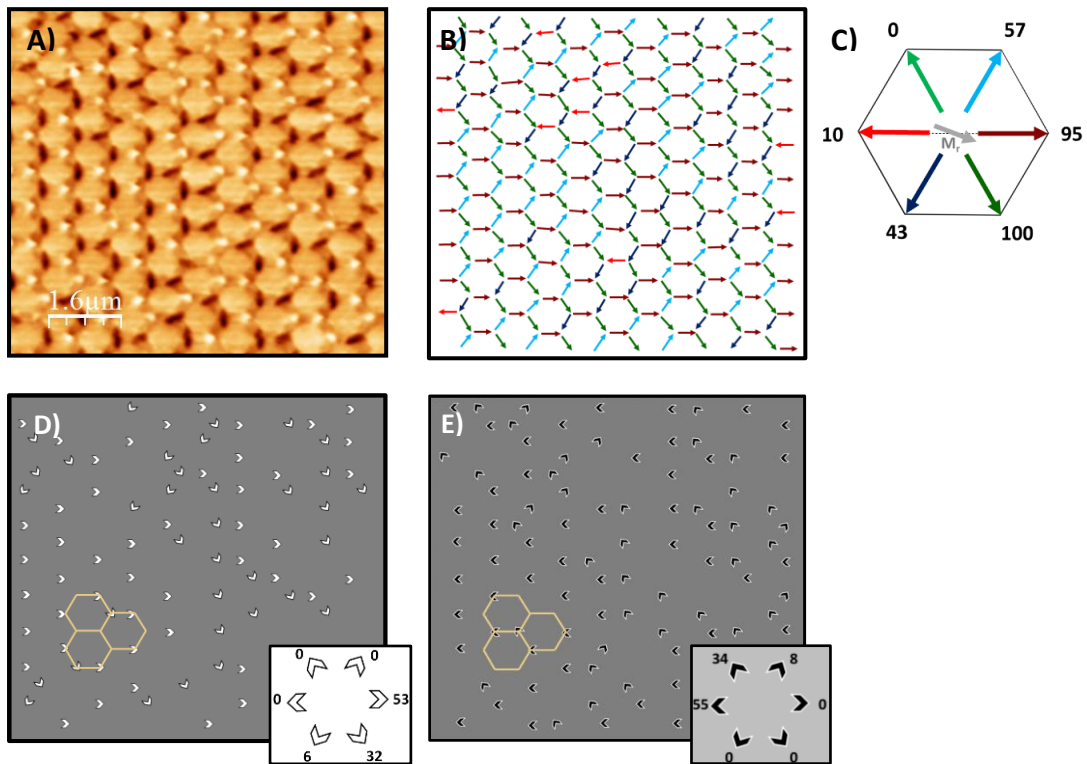


FIGURA 4.17 **A)** Imagen MFM del *spin – ice* en el estado Ice I. **B)** Esquema de la magnetización en cada barra realizado a partir de la imagen MFM anterior siguiendo las reglas de pseudo *spin – ice*. **C)** Recuento de las seis posibles imanaciones de las barras. **(D – E)** Distribución y orientación de las cargas magnéticas obtenidas a partir de la imagen MFM (A) y el esquema de imanación (B). En cada esquema se ha insertado el conteo de cargas magnéticas en función de la orientación de sus paredes de Néel.

Sin embargo, cabe preguntarse si el efecto *ratchet* sobrevive incluso en el estado *as – grown*, cuando la muestra no ha pasado aún por el estado Ice II. La figura 4.18(A) muestra una curva V_{DC} vs I_{AC} medida en el estado *as – grown* a 8.23 K con los vórtices moviéndose a lo largo de un eje fácil. La figura 4.19 (B) muestra una curva R vs H medida en el estado *as – grown* a 8.23 K y con una corriente de medida de 800 μA , con los vórtices moviéndose a lo largo del eje fácil. Al igual que en el estado desordenado anterior, la interacción del *spin – ice* el estado *as – grown* con la red de vórtices da lugar a efecto *ratchet* superconductor.

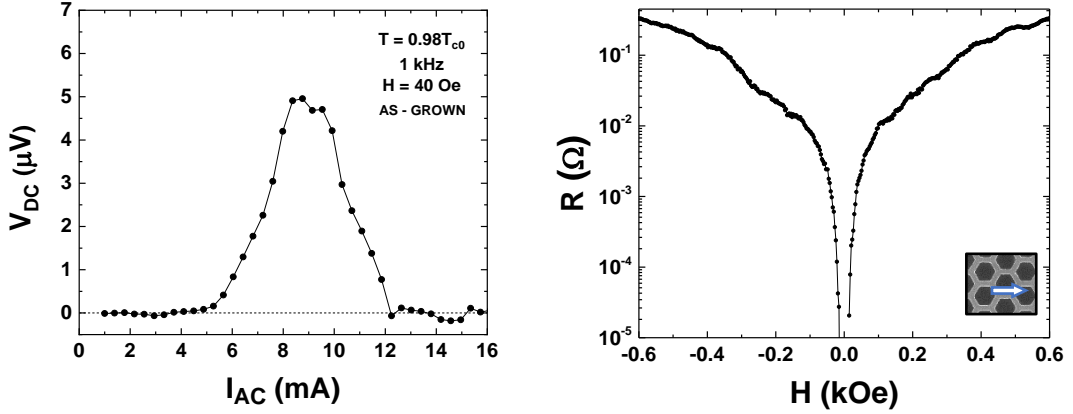


FIGURA 4.18 A) Curva V_{DC} vs I_{AC} , medida a 8.23 K en el estado *as - grown*. **B)** Curva R vs H medida a 8.23 K en el estado *as - grown* aplicando una corriente de 800 μA . Como indica el inset, los vórtices se mueven en el eje fácil.

Como se explicó al inicio, en el estado *as - grown* el sistema no ha pasado por ningún estado ordenado previamente, ya que no se ha aplicado ningún campo para imanarlo. Por tanto, la distribución de orientaciones de los defectos topológicos es lo más aleatoria posible. Aun así, y de nuevo en ausencia de conmensurabilidad entre la red de vórtices y la red de cargas, las asimetrías locales de los defectos topológicos definen una dirección fácil del movimiento.

La figura 4.19(A) muestra una imagen MFM tomada en el estado *as - grown*. La figura 4.19(B) muestra las imanaciones individuales de las barras, de nuevo obtenidas a partir de la orientación de los defectos topológicos en cada vértice y aplicando las reglas de pseudo *spin - ice* en la imagen MFM de la figura 4.19(A). El estado *as - grown* sigue teniendo una imanación remanente \vec{M}_r , que esta vez cae completamente a lo largo de uno de los ejes fáciles. De nuevo, esto provoca una ruptura de simetría, estableciendo una orientación preferente para los defectos topológicos. De nuevo, de la asimetría local introducida por las paredes de Néel emerge una dirección fácil del movimiento para los vórtices superconductores, dando lugar al efecto *ratchet* superconductor incluso en el estado *as - grown* del *spin - ice*.

El estado Ice I, en el que se incluye el estado *as - grown*, es una configuración altamente degenerada. La configuración concreta de las figuras 4.19 está entre las muchas configuraciones desordenadas equivalentes, todas pertenecientes al estado Ice I. La configuración de cargas perfectamente simétrica en la cual todas las imanaciones se compensan entre sí y hay ausencia de efecto *ratchet* superconductor es una entre muchas. La topología de la red hexagonal protege a los defectos topológicos de desaparecer, garantizando que los vórtices siempre encuentren un potencial asimétrico que emerge de las asimetrías locales proporcionadas por los defectos topológicos, dando siempre lugar a la rectificación del movimiento de los vórtices superconductores cuando se aplica una

corriente I_{AC} . Por tanto, en este sistema híbrido la estructura hexagonal del pseudo *spin – ice* resulta en una protección topológica del efecto *ratchet* superconductor²⁰.

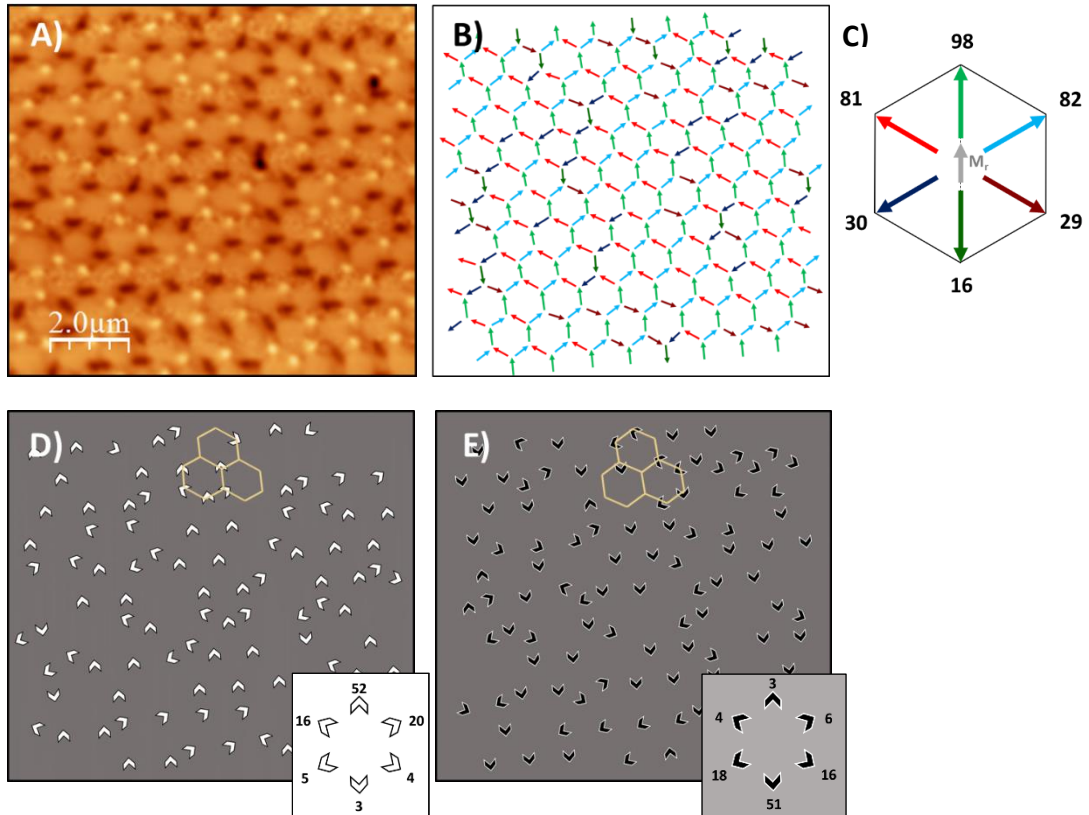


FIGURA 4.19 **A)** Imagen MFM del *spin – ice* en el estado *as - grown*. **B)** Esquema de la magnetización de cada barra a partir de la imagen MFM anterior siguiendo las reglas de pseudo *spin – ice*. **C)** Recuento de las seis posibles imanaciones de las barras. En el centro la resultante \vec{M}_r . **(D – E)** Distribución y orientación de las cargas magnéticas obtenidas a partir de la imagen MFM (A) y el esquema de imanación (B). En cada esquema se ha insertado el conteo de cargas magnéticas en función de la orientación de sus paredes de Néel.

4.5 CONCLUSIONES

En este capítulo se ha estudiado la interacción de la red de vórtices con un sistema frustrado con topología hexagonal llamado pseudo *spin – ice*. El sistema híbrido, que consiste en una lámina delgada superconductora que cubre el *spin – ice*, ha sido caracterizado mediante medidas magnéticas, simulaciones micromagnéticas y medidas de magnetotransporte. Las principales conclusiones son:

- Mediante la aplicación de un campo magnético en el plano lo suficientemente intenso es posible forzar o romper el largo de alcance de la red de vórtices ordenando o desordenando la red de cargas magnéticas presentes en el *spin – ice*.
- Las paredes de Néel presentes en los vértices del *spin – ice* aportan una asimetría local de la cual emerge el potencial asimétrico necesario para el efecto *ratchet* superconductor.
- Este efecto *ratchet* es puramente magnético, ya que la geometría hexagonal del *spin – ice* es completamente simétrica. Esto ha sido comprobado mediante cambios en el sentido de imanación del *spin – ice* y en sentido de polarización de los vórtices.
- La topología hexagonal del *spin – ice* evita la desaparición del efecto *ratchet* superconductor incluso cuando la red de vórtices no presenta orden de largo alcance (no hay efecto de conmensurabilidad). Esto se debe a la protección topológica de las cargas magnéticas por parte de la geometría *honeycomb*. Por tanto, en este sistema híbrido el efecto *ratchet* se encuentra también topológicamente protegido por la geometría *honeycomb* del *spin – ice* cubierto por la lámina delgada superconductora en la que se mueven los vórtices.

Bibliografía

- [1] J. Cumings, L. J. Heyderman, C. H. Marrows, and R. L. Stamps, “Focus on artificial frustrated systems”, *New J. Phys.* **16**, 075016 (2014).
- [2] L. Pauling, “The Structure and Entropy of Ice and of Other Crystals with Some Randomness of Atomic Arrangement”, *J. Am. Chem. Soc.* **57**, 2680 (1935).
- [3] S. T. Bramwell and M. J. P. Gingras, “Spin ice state in frustrated magnetic pyrochlore materials”, *Science* **294**, 1495 (2001).
- [4] R. F. Wang, C. Nisoli, R. S. Freitas, J. Li, W. McConville, B. J. Cooley, M. S. Lund, N. Samarth, C. Leighton, V. H. Crespi and P. Schiffer, “Artificial ‘spin ice’ in a geometrically frustrated lattice of nanoscale ferromagnetic islands”, *Nature* **439**, 303 (2006).
- [5] G. Möller and R. Moessner, “Artificial square ice and related dipolar nanoarrays”, *Phys. Rev. Lett.* **96**, 237202 (2006).
- [6] J. P. Morgan, A. Stein, S. Langridge and C. H. Marrows, “Thermal ground-state ordering and elementary excitations in artificial magnetic square ice”, *Nat. Phys.* **7**, 75 (2011).
- [7] O. Sendetskyi, V. Scagnoli, N. Leo, L. Anghinolfi, A. Alberca, J. Lüning, U. Staub, P. M. Derlet and L. J. Heyderman, “Continuous magnetic phase transition in artificial square ice”, *Phys. Rev. B* **99**, 214430 (2019).
- [8] M. Tanaka, E. Saitoh, H. Miyajima, T. Yamaoka and Y. Iye, “Magnetic interactions in a ferromagnetic honeycomb nanoscale network”, *Phys. Rev. B* **73**, 052411 (2006).
- [9] T. Fennell, S. T. Bramwell, D. F. McMorrow, P. Manuel and A. R. Wildes, “Pinch points and Kasteleyn transitions in kagome ice”, *Nat. Phys.* **3**, 566 (2007).
- [10] Y. Qi, T. Brintlinger and J. Cumings, “Direct observation of the ice rule in an artificial kagome spin ice”, *Phys. Rev. B* **77**, 094418 (2008).
- [11] G. Rodríguez-Rodríguez, H. Rubio, M. Vélez, A. Pérez-Junquera, J. V. Anguita, J. I. Martín and J. M. Alameda, “Closure magnetization configuration around a single hole in a magnetic film”, *Phys. Rev. B* **78**, 174417 (2008).
- [12] O. Tchernyshyov and G. W. Chern, “Fractional vortices and composite domain walls in flat nanomagnets”, *Phys. Rev. Lett.* **95**, 197204 (2005).
- [13] A. Huber and R. Scäfer, *Magnetic Domains*. 1998.
- [14] A. Pushp, T. Phung, C. Rettner, B. P. Hughes, S. H. Yang, L. Thomas and S. S. P. Parkin, “Domain wall trajectory determined by its fractional topological edge defects”, *Nat. Phys.* **9**, 505 (2013).
- [15] A. Vansteenkiste, J. Leliaert, M. Dvornik, M. Helsen, F. Garcia-Sanchez and B. Van Waeyenberge, “The design and verification of MuMax3”, *AIP Adv.* **4**, 107133 (2014).

- [16] V. Rouco, R. Córdoba, J. M. De Teresa, L. A. Rodríguez, C. Navau, N. Del-Valle, G. Via, A. Sánchez, C. Monton, F. Kronast, X. Obradors, T. Puig and A. Palau, “Competition between Superconductor – Ferromagnetic stray magnetic fields in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ films pierced with Co nano-rods”, *Sci. Rep.* **7**, 5663 (2017).
- [17] V. Rollano, J. del Valle, A. Gomez, M. Velez, L. M. Alvarez - Prado, C. Quiros, J. I. Martin, M. R. Osorio, D. Granados, E. M. Gonzalez and J. L. Vicent, “Magnetic order and disorder in nanomagnets probed by superconducting vortices”, *Sci. Rep.* **8**, 12374 (2018).
- [18] J. E. Villegas, S. Savel'ev, F. Nori, E. M. Gonzalez, J. V. Anguita, R. Garcia and J. L. Vicent, “A superconducting reversible rectifier that controls the motion of magnetic flux quanta”, *Phys. Rev. B* **72**, 1188 (2005).
- [19] C. C. de Souza Silva, A. V. Silhanek, J. Van de Vondel, W. Gilljins, V. Metlushko, B. Ilic and V. V. Moshchalkov, “Dipole-induced vortex ratchets in superconducting films with arrays of micromagnets”, *Phys. Rev. Lett.* **98**, 117005 (2007).
- [20] V. Rollano, A. Muñoz-Noval, A. Gomez, F. Valdes-Bango, J. I. Martin, M. Velez, M. R. Osorio, D. Granados, E. M. Gonzalez and J. L. Vicent, “Topologically protected superconducting ratchet effect generated by spin-ice nanomagnets”, *Nanotechnology* **30**, 244003 (2019).

5

POTENCIAL DE ANTIPINNING CREADO POR NANOESTRUCTURAS SUPERCONDUCTORAS

5.1 INTRODUCCIÓN

A lo largo de las dos últimas décadas se han producido multitud de trabajos enfocados en el estudio de la dinámica de vórtices en películas delgadas superconductoras que encierran redes periódicas de centros de anclaje artificiales. Estos centros de anclaje pueden ser metales normales, como el Cu^1 o la Ag^2 , materiales magnéticos como el Ni^3 o el Fe^4 , agujeros (*holes*)⁵, o simplemente depresiones en el espesor de la lámina (*blind holes*)⁶. En esta misma tesis, se ha explorado la interacción de la red de vórtices con distintos sistemas magnéticos nanoestructurados. Como se explica en el capítulo 1, por lo general todos estos trabajos están orientados hacia el estudio de la dinámica de vórtices cuando hay una fuerza atractiva entre vórtices y defectos artificiales.

En cambio, la situación en la que la fuerza entre los vórtices y los defectos es repulsiva (*antipinning*), ha recibido poca atención. Dicho potencial de *antipinning* puede ser creado mediante zonas de mayor espesor que el resto de la película superconductora^{7,8}, o mediante la inclusión de defectos superconductores dentro de la propia película⁹⁻¹¹. En este capítulo se estudia la interacción de la red de vórtices en una película delgada superconductora de V que encierra una red cuadrada de triángulos superconductores fabricados con Nb, de mayor temperatura crítica que la lámina delgada.

Entre otros efectos, se verá como los triángulos superconductores actúan como centros de repulsión, expulsando el flujo hacia las zonas intersticiales.

5.1.1 Mecanismos de *antipinning*

Conviene recordar que en sistemas superconductores con inclusiones no superconductoras, el mecanismo de *pinning* viene dado por depresiones en la superconductividad, bien debidas al efecto de proximidad en el caso de estén fabricados de un metal no superconductor (*core pinning*), o bien debidas al campo de fuga de dichas inclusiones artificiales, si están fabricadas de un material magnético (*magnetic pinning*). En cambio, al introducir defectos superconductores de mayor temperatura crítica en otro superconductor se tiene que dichas zonas presentan aumentos de la temperatura crítica y también en el espesor del material superconductor, ya que hay dos superconductores apilados. En estos sistemas la dinámica de vórtices estará dominada por la expulsión de flujo hacia las zonas intersticiales, donde los vórtices tienen una alta movilidad. Tal como se contó en la introducción, existe una fuerza de repulsión entre vórtices (F_{vv}). En las zonas intersticiales, los vórtices se encuentran únicamente anclados por la repulsión vórtice – vórtice que hay entre ellos y la repulsión que existe también con las inclusiones superconductoras. Este tipo de anclaje se conoce como anclaje por *caging*.

Existen dos mecanismos a través de los cuales los defectos artificiales pueden actuar como centros de *antipinning*. Uno de estos mecanismos tiene su origen en el hecho de que, como se explica en el capítulo 1, los vórtices tienen una energía de línea que viene dada por:

$$\epsilon_\ell = \left(\frac{\Phi_0}{4\pi\lambda} \right)^2 \ln \kappa$$

donde Φ_0 es el valor de un cuanto de flujo, λ es la longitud de penetración y κ la constante de Ginzburg-Landau. Esto implica que nuclear un vórtice en una zona de espesor d implica el aumento de una cantidad $E_\ell = \epsilon_\ell \cdot d$ en la energía libre del sistema. Sin tener en cuenta el término de la energía libre debido a la repulsión vórtice – vórtice (E_{vv}), al sistema le es siempre energéticamente favorable situar los vórtices en zonas donde el espesor sea menor. Por ello, variaciones en el espesor del propio superconductor dan lugar a potenciales de *pinning*, en el caso de que las depresiones (huecos) representen un porcentaje minoritario del área total, o de *antipinning* en el caso contrario, cuando el porcentaje minoritario del área total está ocupado por zonas de mayor espesor que el resto de la película (pilares). En la figura 5.1(A) se muestra un esquema de esta situación, estudiada por A. Bezryadin *et al.* desde el punto de vista teórico⁷. En este trabajo se estudia la interacción de los vórtices en una lámina superconductora de espesor fijo d_f (porcentaje mayoritario del área total) con una zona circular d_b (porcentaje minoritario) de espesor variable. Se aprecia un cambio en el número

de vórtices que nuclean en el interior de la zona circular cuando el espesor aumenta gradualmente y la zona circular pasa de ser un hueco ($d_f > d_b$) a ser un pilar ($d_f < d_b$). Más adelante, G. R. Berdiyrov *et al.* estudiaron, de nuevo desde un punto de vista teórico, la estructura de la red de vórtices en una lámina delgada superconductora con una red cuadrada de pilares circulares ($d_f < d_b$)⁸. La figura 5.1(B) presenta una celda unidad de este sistema. Este trabajo llega a dos conclusiones importantes. Primero, se tiene que si el radio de los pilares es lo suficientemente pequeño ($R < 5\xi$), todos los vórtices serán expulsados hacia las zonas intersticiales entre pilares, precisamente debido que E_ℓ es menor en dichas zonas. Los pilares crean un potencial de *antipinning*. La segunda conclusión de este trabajo se refiere al caso en el que el radio de los pilares es lo suficientemente grande con respecto a la longitud coherente ($R > 5\xi$). En esta situación, si el número de vórtices fuera de los pilares es lo suficientemente grande, nuclear otro vórtice en las zonas intersticiales deja de ser energéticamente favorable. Entonces, los vórtices terminan nucleando dentro de los pilares. Además, si la distancia entre los pilares o periodicidad (W) es lo suficientemente pequeña, las estructuras de vórtices que se forman dentro de los pilares interactúan entre ellas a través de los vórtices intersticiales.

El segundo mecanismo de *antipinning* tiene su origen en las variaciones en la T_c del sistema. Si en un mismo material hay dos zonas con temperaturas críticas distintas ($T_c > T'_c$), según lo visto en el capítulo 1, para una misma temperatura T la longitud de penetración será distinta entre estas dos zonas, cumpliéndose que $\lambda < \lambda'$. Por tanto, la energía por unidad de línea de los vórtices será mayor en la zona con mayor T_c : $\epsilon_\ell > \epsilon'_\ell$. Esto significa que, para un valor de temperatura concreto, las zonas con mayor temperatura crítica son lugares en los que nuclear un vórtice es energéticamente desfavorable, por lo que los vórtices son expulsados hacia las zonas con menor T_c .

Aumentos locales en el espesor de la película superconductora dan lugar también a mayores temperaturas críticas, por lo que en general ambos mecanismos de *antipinning* aparecen juntos. Sin embargo, es posible potenciar el segundo mecanismo gracias a la inclusión de defectos superconductores en otro material superconductor. Este es el caso del trabajo de E. Navarro *et al.*¹¹, sobre un sistema que consiste en una lámina delgada de V de 100 nm de espesor sobre una red triangular de *dots* de Nb de 40 nm de espesor y 70 nm de radio, con una periodicidad de 100 nm. La T_c de la lámina delgada de V es de 4.08 K, mientras que la T_c de los *dots* de Nb es de 6.10 K, con lo que la diferencia entre temperaturas críticas es de 2 K, mucho mayor que la que se consigue con aumentos de espesor (pilares) de 40 nm en el V (sin introducir un segundo superconductor). Los *dots* superconductores crean un potencial de *antipinning* debido a su mayor T_c con respecto a la de la lámina delgada. Sin embargo, la periodicidad de la red triangular es muy similar al tamaño de los *dots* de Nb, por lo que las zonas intersticiales entre *dots* representan la fracción minoritaria del área total de la lámina. Los vórtices, expulsados a estas zonas intersticiales, tienen poco espacio para moverse entre *dots*, por lo que el término de la energía libre debido a la repulsión entre ellos (E_{vv}) domina la dinámica de vórtices para bajos campos (pocos vórtices en las zonas intersticiales), dejando el potencial de *antipinning* en segundo plano.

5.2 DESCRIPCIÓN DE LAS MUESTRAS

Con el objetivo de estudiar la dinámica de vórtices en un potencial de *antipinning* se han fabricado dos muestras sobre sustratos de Si resistivo, muestra VNb y muestra VCu, ambas con una lámina de V sobre un *array* de triángulos de escala nanométrica. Ambas muestras han sido fabricadas siguiendo el proceso descrito en el Capítulo 2.

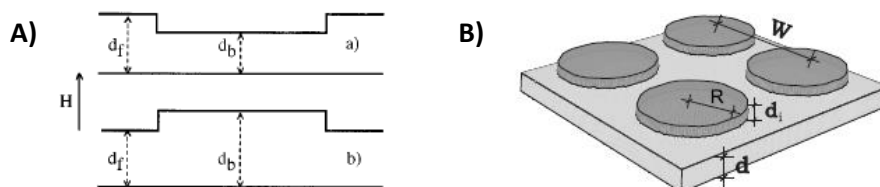


FIGURA 5.1 A) Esquema de la geometría estudiada en [7]. Se estudia cómo cambia la interacción de la red de vórtices en una lámina delgada de espesor d_f con una inclusión circular cuyo espesor d_b cambia gradualmente de un hueco ($d_b < d_f$) a un pilar ($d_b > d_f$). B) Celda unidad del sistema analizado en [8]. En este caso se tienen pilares superconductores con mayor espesor d_i que el resto de la lámina superconductora. La expulsión de flujo hacia las zonas de menor espesor domina la dinámica de vórtices.

En la muestra VNb, la muestra principal de este capítulo, los triángulos están fabricados de Nb superconductor. A diferencia de otros trabajos con *arrays* de *dots* superconductores en los que estos se fabricaban mediante alúmina porosa^{10,11}, los triángulos superconductores de Nb han sido fabricados mediante litografía electrónica y *sputtering*. Como se muestra en la figura 5.2(A), cada uno de estos triángulos equiláteros tiene 600 nm de lado y un espesor de 40 nm, mientras que la periodicidad de la red (690 nm x 690 nm) corresponde a un campo de *matching* de 39 Oe. Este array quedó cubierto por una lámina delgada de 100 nm de V, depositada también mediante *sputtering*. Para definir el puente de medida sobre el V se ha recurrido a la litografía óptica y al ataque por vía húmeda descrito en el segundo capítulo de esta tesis. La muestra VCu es idéntica a la anterior salvo por el material del que están hechos los triángulos, fabricados con Cu. Esta muestra sirve de referencia para poder separar el comportamiento de la red de vórtices que se debe exclusivamente a la superconductividad de los triángulos de Nb.

La figura 5.2(B) muestra un esquema transversal de la muestra VNb, donde además se indican las temperaturas críticas del V en las dos muestras. Los valores de T_{c0} de las películas delgadas de ambas muestras han sido medidos por transporte, siendo 4.25 K para la muestra VNb y 4.38 K para la muestra VCu. Como se describe en el Capítulo 2, estos valores han sido tomados en el punto en el que el valor de la resistencia es la mitad del valor de la resistencia en el estado normal. Además, se ha fabricado un *array* de triángulos de dimensiones 4 mm x 2 mm para poder medir la transición superconductora de los triángulos mediante SQUID, ya que es imposible medirla por transporte. Como se muestra en la curva M vs T de la figura 5.2(C), la T_c del *array* de triángulos es de 4.84 K, similar a la de la película

de V, aunque ligeramente más alta. El rango de temperaturas en el que se encuentra la T_c de los triángulos de Nb es el adecuado para generar un potencial de *antipinning* a la vez que el material mantiene un valor de $\xi(T)$ similar al del V.

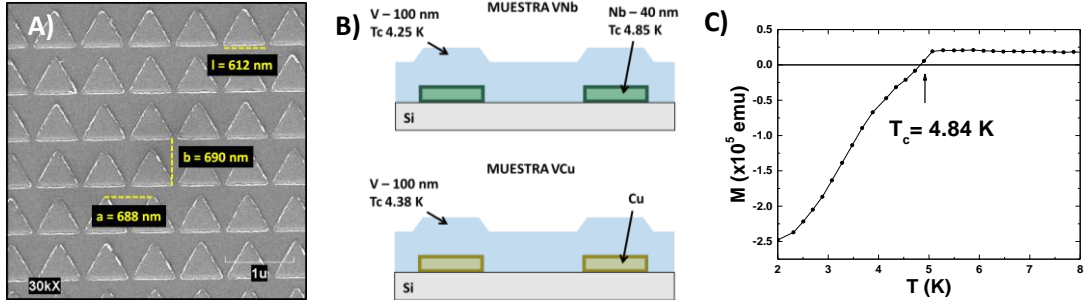


FIGURA 5.2 A) Imagen SEM de los triángulos de Nb sobre Si. La red cuadrada tiene una periodicidad de 690 nm, que corresponde a un campo de *matching* de 39 Oe. La base de los triángulos mide en torno a 600 nm. **B)** Esquema transversal de las dos muestras fabricadas, donde se indican los espesores y las temperaturas críticas (si las tienen) de los distintos elementos que las forman. **C)** Medida SQUID de dos *arrays* cuadrados de triángulos de Nb cada uno con 2 mm de lado. El campo aplicado durante la medida es de 50 Oe.

Para este experimento se han escogido defectos triangulares ordenados en una red cuadrada. Por tanto, como se puede ver en la figura 5.2(A), el área ocupada por las zonas intersticiales es algo mayor que el área ocupada por los triángulos. Las zonas intersticiales son también de forma triangular y su número de ocupación, siendo éste el número de vórtices que caben por triángulo, $n_s = d/4\xi(T) \sim 3$, donde d es aproximadamente el diámetro de la circunferencia en la que está circunscrito el triángulo¹². Por tanto, esta elección se debe principalmente a que la geometría proporciona amplias zonas intersticiales que pueden dar cabida a varios vórtices antes de que el término de repulsión E_{vv} de la energía libre domine la dinámica de vórtices.

5.3 CONMENSURABILIDAD EN POTENCIALES DE ANTIPINNING

Se han realizado medidas de transporte con campo magnético aplicado en estas dos muestras para temperaturas cercanas al valor de sus temperaturas críticas. La figura 5.3(A) muestra las curvas R vs H medidas para la muestra VNb (azul) y la muestra VCu (rojo) a una temperatura reducida $0.97T_{c0}$. Ambas curvas muestran una estructura de mínimos característica del efecto de conmensurabilidad con un campo de *matching* de $H_m = 39.2 \text{ Oe}$. Sin embargo, la curva de la muestra VNb presenta una estructura de mínimos anómala; no hay un mínimo en resistencia para el primer campo de *matching*, cuando se tiene un vórtice por celda unidad de la red de triángulos. Esto contrasta con el hecho de que para la muestra VCu el mínimo más marcado y profundo es el que corresponde al primer campo de *matching*. Como se muestra en la figura 5.4, la ausencia del primer mínimo en las curvas R vs H medidas para la muestra VNb persiste a lo largo de un amplio rango de temperaturas.

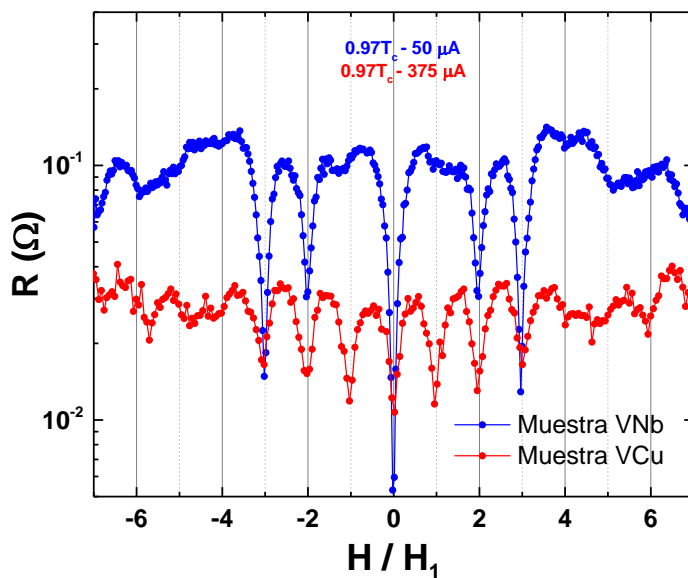


FIGURA 5.3 Comparación de las curvas R vs H medidas en la muestra VNb (azul) y en la muestra VCu (rojo). Ambas curvas han sido tomadas a la misma temperatura reducida, $0.97T_{c0}$. El eje horizontal está normalizado al primer campo de *matching* de ambas muestras.

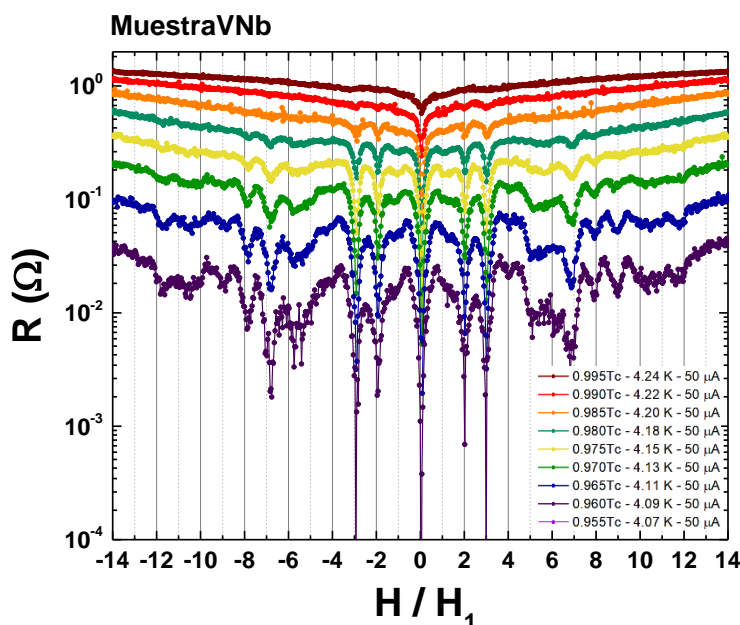


FIGURA 5.4 Curvas R vs H medidas para la muestra VNb en función de la temperatura. La temperatura y la corriente de medida de cada curva vienen indicadas en la leyenda.

La figura 5.5(A) muestra la densidad de corriente crítica (J_c) frente al campo aplicado en la muestra VNb a una temperatura $0.96T_{c0}$. Cada punto de esta curva corresponde a la intersección de una medida V vs I con el criterio de voltaje de 10^{-7} V, tal y como muestra la línea discontinua horizontal en la figura 5.5(B) para los campos de *matching* H_1 (roja), H_2 (verde) y H_3 (azul) a $0.96T_{c0}$. Repitiendo esto para sucesivas curvas V vs I medidas a distintos campos se construye una curva J_c vs H como la de la figura 5.5(A). En esta curva se reproduce el efecto de conmensurabilidad anómalo observado en las curvas R vs H , que en este caso se manifiesta a través de la ausencia del máximo que corresponde al primer campo de *matching*. La ausencia de este máximo implica que, cuando la densidad de vórtices es igual a la densidad de triángulos, no hay conmensurabilidad, por lo que la red de vórtices no adapta su geometría a la de la red de triángulos artificiales. Esta falta de conmensurabilidad en el primer campo de *matching* se debe a que el potencial de *antipinning* expulsa los vórtices hacia las zonas intersticiales, donde la fuerza repulsiva de los triángulos no es suficiente para forzar la conmensurabilidad. Lo único que ancla a los vórtices en este caso son los centros de *pinning* intrínsecos del propio V, con una distribución aleatoria, por lo que no hay conmensurabilidad.

La figura 5.5(C) muestra la fuerza de *pinning* (F_p) en función del campo magnético para los tres primeros campos de *matching* en la muestra VNb a $0.96T_{c0}$, la cual se obtiene a partir de la curva J_c vs H de la figura 5.5(A). Como se explica en el capítulo 1, la corriente crítica es la corriente mínima necesaria para arrancar a los vórtices de las posiciones en las que se encuentran anclados. Por tanto, la fuerza de *pinning* se obtiene de la relación $\vec{F}_p = \vec{J}_c \times \vec{B}$ y corresponde a la fuerza necesaria para arrancar a los vórtices de sus posiciones de equilibrio y que empiecen a moverse. Aunque no hay un máximo para el primer campo de *matching*, se observa que la fuerza de *pinning* incrementa con el número de vórtices expulsados a los intersticios.

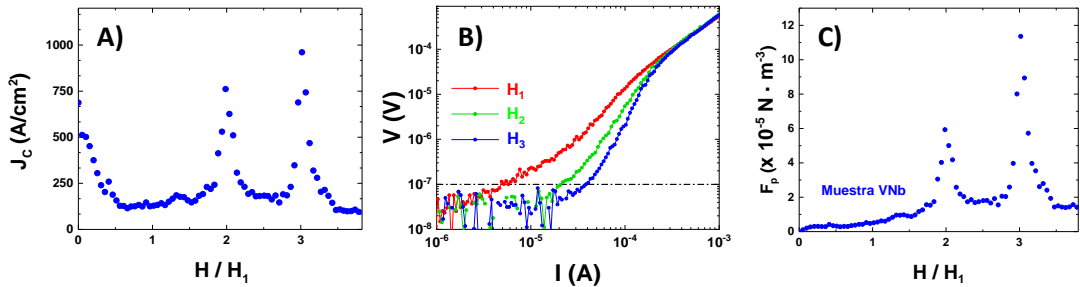


FIGURA 5.5 A) Densidad de corriente crítica (J_c) frente a campo aplicado medida en la muestra VNb a una temperatura $0.96T_{c0}$. La curva muestra máximos de corriente crítica característicos del efecto de conmensurabilidad exceptuando el H_1 . El eje horizontal está normalizado al primer campo de *matching*. **B)** Curvas V vs I medidas en los tres primeros campos de *matching* a una temperatura $0.96T_{c0}$. La línea discontinua horizontal en 10^{-7} V indica el criterio de corriente crítica. **C)** Curva de fuerza de *pinning* (F_p) frente a campo aplicado obtenida a partir de la figura (A). El eje horizontal está normalizado al primer campo de

Cuando se añaden más vórtices por intersticio (H_2 y H_3) el anclaje por *caging* domina sobre el *pinning* intrínseco, ordenando la red. El *caging* consiste en el anclaje debido a la repulsión con los triángulos superconductores y la repulsión con los otros vórtices en cada zona intersticial. Debido a esto, el segundo y el tercer campo de *matching* presentan mínimos en las figuras 5.3 y 5.4, y máximos en las figuras 5.5(A) y 5.5(C). Además, el mínimo en resistencia y el máximo en corriente crítica es siempre más pronunciado para el tercer campo de *matching* que para el segundo, lo cual es característico del anclaje por *caging*, también llamado *vortex jamming*, más efectivo con tres vórtices por intersticio que con dos^{13,14}.

Como ya se ha comentado, el máximo número de vórtices que pueden aceptar los intersticios es $n_s \sim 3$, por lo que añadir más vórtices al sistema provoca la pérdida del efecto de conmensurabilidad. Aunque las zonas intersticiales no pueden aceptar más vórtices, el tamaño de estos comparado con el de los triángulos de Nb implica que no puedan nuclear sobre ellos⁸, por lo que la situación vuelve a ser desordenada.

La figura 5.6(A) muestra un conjunto de curvas V vs I medidas en la muestra VNb en el tercer campo de *matching* a temperaturas cada vez más bajas empezando cerca de la transición ($T_0 = 4.22$ K). La línea discontinua horizontal indica el criterio de corte utilizado para obtener la corriente crítica. Cada punto de la figura 5.6(B) es un corte de una curva V vs I con este criterio. La figura 5.6(B) muestra la J_c vs T para la muestra VNb (azul) y para la muestra VCu (rojo). El potencial de *antipinning* de los triángulos de Nb hace que la red de vórtices ancle peor y por tanto en la muestra VNb mover a los vórtices de sus posiciones de equilibrio requiere aplicar menor densidad de corriente que en la muestra VCu. El anclaje por *caging* es menos eficiente que el *pinning* en los triángulos de Cu. La muestra VNb es más blanda que la muestra VCu, lo cual es consistente con el hecho de que los vórtices sean intersticiales y el anclaje sea por *caging*, ya que los vórtices tienen mayor movilidad y es más fácil desanclarlos¹⁵.

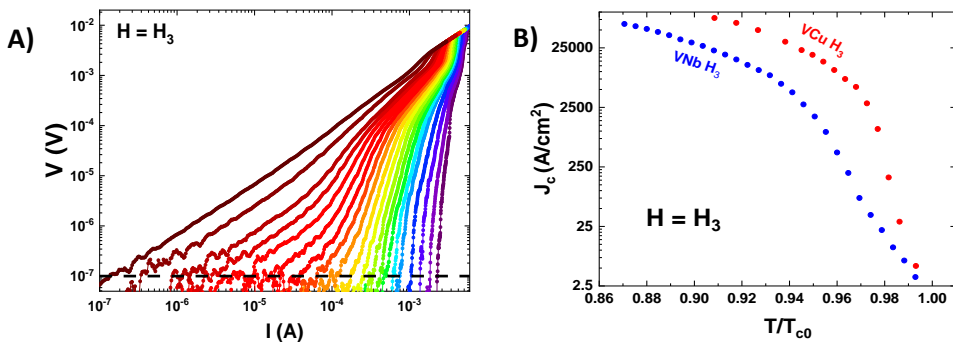


FIGURA 5.6 A) Curvas V vs I tomadas en función de la temperatura para la muestra VNb con el campo atrapado correspondiente a $H = H_3$. La primera curva (marrón) corresponde a una temperatura de $0.99T_{c0}$, mientras que la última curva (morado) corresponde a $0.83T_{c0}$. La línea discontinua indica el criterio de corte para obtener la corriente crítica I_c . **B)** Curvas J_c vs T/T_{c0} para las muestras VNb (azul) y VCu (rojo). Ambas curvas están en función de la temperatura reducida T/T_{c0} de cada muestra.

Cerca de la transición, la física de la muestra VNb está dominada por la dinámica de los vórtices intersticiales y el anclaje por *caging*. En la siguiente sección de este capítulo se estudia cómo afecta este cambio a la transición líquido – vidrio en comparación con la muestra VCu.

5.4 CAMBIOS DE FASE EN LA RED DE VÓRTICES EN POTENCIALES DE *ANTIPINNING*

Como se explica con más detalle en el Capítulo 1, en un superconductor libre de defectos la red de vórtices tiene una estructura triangular que minimiza la energía elástica de la red. Esta configuración de la red de vórtices se denomina red de Abrikosov y presenta orden de largo alcance, por lo que la red de vórtices se encuentra en estado sólido. Pero cuando los centros de anclaje o las fluctuaciones térmicas cobran importancia, la red tiende a desordenarse. Si la fuerza de *pinning* se impone sobre las interacciones elásticas entre vórtices, la red se deforma, truncándose el orden de largo alcance; la red se encuentra en una fase de vidrio de vórtices^{16–19}. En la figura 5.7(A) se tiene una imagen de la red de vórtices en estado sólido tomada mediante *Scanning Tunnel Microscopy* (STM) en un monocristal de NbSe₂ con una muy baja densidad de defectos²⁰. Precisamente es la pureza del monocristal la que permite a la red de vórtices tener una estructura triangular. Por otro lado, la figura 5.7(B) muestra una imagen en la que la red de vórtices se encuentra en la fase de vidrio de vórtices. La imagen ha sido tomada mediante MFM a baja temperatura en una película de Nb de 87 nm de espesor²¹. La presencia de defectos en el Nb, que actúan como centros de anclaje intrínsecos, impide que la red de vórtices mantenga el orden de largo alcance.

Las posiciones de equilibrio en las que se sitúan los vórtices viene determinadas por la competición entre la interacción vórtice - vórtice y la interacción de los vórtices con los centros de anclaje. A medida que las fluctuaciones térmicas son lo suficientemente grandes en comparación con las barreras energéticas que anclan los vórtices en dichas posiciones, éstos pueden escapar con facilidad, dando lugar a una fase completamente desordenada denominada líquido de vórtices²².

La figura 5.7(C) ilustra de forma esquemática las distintas fases por las que puede transitar la red de vórtices al disminuir la temperatura o aumentar el campo magnético. Por lo general, en superconductores en los que el *pinning* debido a los defectos intrínsecos del material juega un papel apreciable se tiene que, lejos de la transición, la red de vórtices se encuentra en el estado de vidrio de vórtices. Cuando se aumenta la temperatura, la red sufre una transición suave, de segundo orden, y pasa a un estado de líquido de vórtices²³. Para cada campo existe una temperatura de transición o de *melting* T_g (*glass temperature*). La línea de *melting* es la línea azul que separa la fase de líquido de vórtices de la fase de vidrio de vórtices.

Las transiciones de fase de la red de vórtices fueron descubiertas primero en los superconductores de alta temperatura crítica (HTSC)²⁴. En estos superconductores las escalas de temperatura son mayores, mientras que la energía necesaria para que crear y mover vórtices es menor. La energía

requerida para crear un vórtice por unidad de longitud viene determinada por la energía de línea que, como ya se ha visto, varía en función de ξ/λ^2 . La energía de línea es mucho menor en los HTSC, con pequeñas longitudes de coherencia ξ y grandes longitudes de penetración λ . En estos superconductores, la fase líquida de la red de vórtices ocupa una gran región del diagrama H vs T .

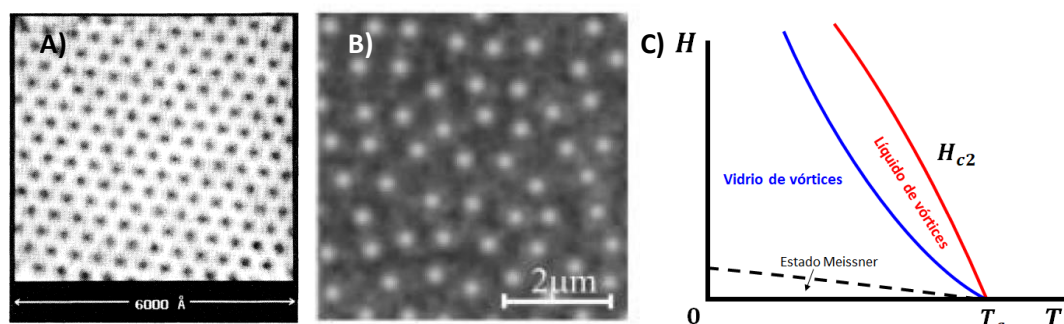


FIGURA 5.7 A) Imagen de la red de vórtices en estado sólido tomada mediante STM en monocristal de NbSe_2 . A lo largo del área de escaneo, la red conserva la simetría triangular característica de la red de Abrikosov. Imagen adaptada de la referencia [30]. **B)** Imagen de la red de vórtices en la fase de vidrio de vórtices tomada mediante MFM a baja temperatura en una película delgada de Nb. **C)** Diagrama de fases esquemático de un superconductor de alta temperatura crítica. La línea de *melting* aparece de color azul, separando la fase de líquido de vórtices de la fase de vidrio de vórtices.

Este descubrimiento provocó la búsqueda de estas transiciones de fase también en los superconductores de baja temperatura crítica (LTSC) como el Nb o el NbSe_2 . En estos superconductores, ξ es más grande y λ más reducida con respecto a los HTSC. Además, las temperaturas críticas son mucho más bajas, por lo que las fluctuaciones térmicas no tienen tanta importancia. En estos superconductores la temperatura de transición a la fase líquida se encuentra muy próxima a la transición al estado normal, por lo que es una transición mucho más difícil de caracterizar.

Eventualmente se acabó encontrando una transición al estado líquido en los LTSC^{25,26}, aunque por lo general es necesaria la presencia de defectos en el material para que la red de vórtices sea lo suficientemente desordenada como para que las fluctuaciones térmicas sean capaces de forzar una transición al estado líquido²⁷.

En el caso de las láminas delgadas superconductoras con redes periódicas de defectos artificiales, Villegas *et al.* estudian las transiciones de fase de la red de vórtices en presencia del efecto de conmensurabilidad. En este trabajo, se observa que, para campos fuera de la condición de *matching*, la temperatura de transición a la fase de vidrio de vórtices T_g es menor que para condiciones de *matching*²⁸. Es decir, la conmensurabilidad de la red de vórtices con los defectos artificiales favorece el estado de vidrio de vórtices. Esto está relacionado con el hecho de que fuera de la condición de

matching la red de vórtices tiene una corriente crítica menor y por tanto tiene más movilidad, lo que favorece la fase de líquido de vórtices.

Como se explicó en la sección anterior, la muestra VNb es más blanda que la muestra VCu, ya que en general la primera presenta menor corriente crítica que la segunda (figura 5.6(B)). Por tanto, en este apartado se han medido las temperaturas de transición T_g en la muestra VNb y en la muestra VCu para varios campos de *matching*, con el objetivo de estudiar cómo influye el potencial de *antipinning* creado por los triángulos superconductores en la transición de fase líquido – vidrio de la red de vórtices, con el fin de reproducir mapas de fases como el de la figura 5.7(C) para ambas muestras. Cada punto de las curvas $T_g(H)$ ha sido obtenido mediante el criterio de Strachan²⁹. Este criterio establece que las isothermas $\log(V)$ vs $\log(I)$ deben cambiar su concavidad cuando la temperatura desciende por debajo de la T_g y la red transita al estado de vidrio de vórtices. Las curvas medidas por encima de la T_g tienen una concavidad positiva, mientras que las medidas por debajo de la transición tienen una concavidad negativa. El cambio en la concavidad se debe a que las isothermas por encima de la transición presentan una parte óhmica a bajas corrientes, característica del movimiento plástico del líquido de vórtices, mientras que las isothermas por debajo de la transición no. La figura 5.8(A) muestra las isothermas $\log(V)$ vs $\log(I)$ medidas en la muestra VNb para el segundo campo de *matching*. Se ha representado en línea discontinua el ajuste lineal de los datos en la zona óhmica de una de las isothermas. La pendiente en esta zona es 1, ya que $V \sim I$. Se puede observar que, conforme la temperatura disminuye, la parte óhmica de las curvas desaparece gradualmente. Además, las curvas de resistividad (ρ) frente a densidad de corriente (J) tienen una tendencia distinta cuando $J \rightarrow 0$, como se muestra en la figura 5.8(B), donde las curvas ρ vs J en el estado líquido (en rojo) tienden a un valor constante a bajas corrientes (comportamiento óhmico) y las curvas ρ vs J en el estado de vidrio de vórtices tienden a $\rho = 0$ muy rápidamente a bajas corrientes.

El cambio en la concavidad se hace evidente en la derivada de las isothermas $\log(V)$ vs $\log(I)$, como se muestra en la figura 5.8(C). Mientras que las derivadas de las curvas tomadas en el estado líquido de la red de vórtices ($T > T_g$) convergen a 1 para bajas corrientes, las derivadas de las curvas medidas en el estado de vidrio de vórtices ($T < T_g$) divergen a bajas corrientes. El criterio de Strachan marca la transición entre la fase de líquido de vórtices a la fase de vidrio de vórtices, que en el caso de la muestra VNb en el segundo campo de *matching* ocurre para $T_g = 3.93$ K. Repitiendo este proceso para distintos campos y aplicando el criterio de Strachan es posible construir un diagrama de fases para la red de vórtices en ambas muestras. La figura 5.9(A) muestra el mapa de fases para la muestra VNb, mientras que el correspondiente a la muestra VCu se muestra en la figura 5.9(B). Ciertamente, se observa una expansión de la zona líquida para el diagrama de fases de la red de vórtices en la muestra VNb comparada con la zona líquida en la muestra VCu. Esta expansión se debe al potencial de *antipinning* introducido por los triángulos superconductores y está directamente relacionada con el hecho de que la muestra VNb sea más blanda que la muestra VCu, ya que es necesaria menos energía térmica para forzar una transición al estado líquido, sacando a los vórtices de sus posiciones de equilibrio.

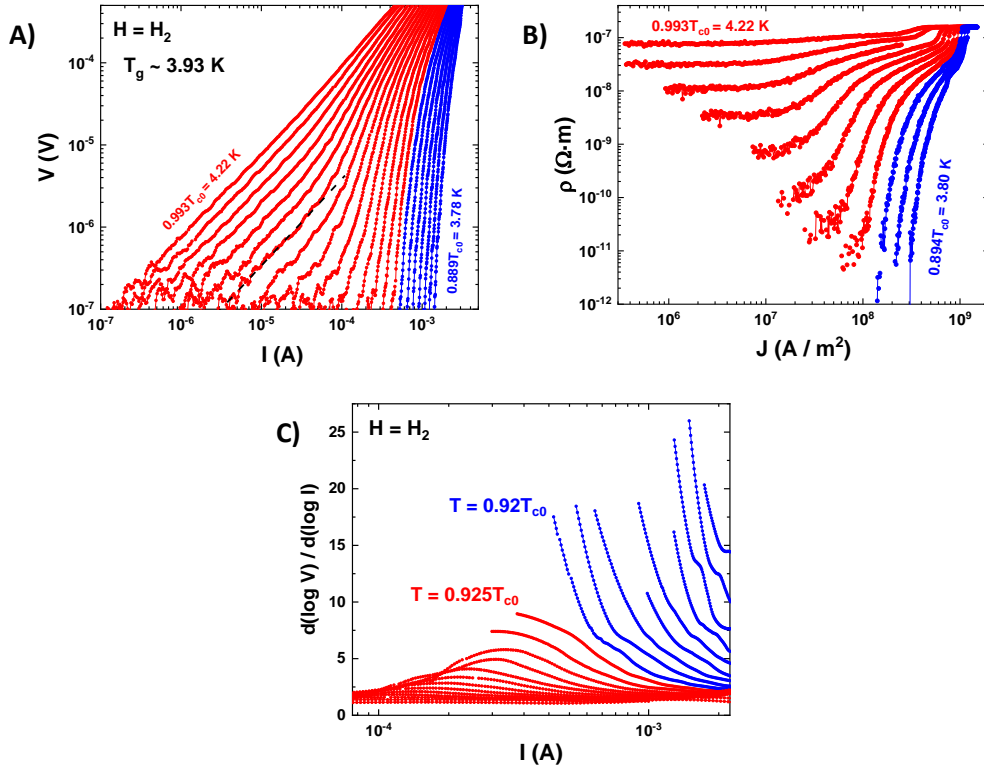


FIGURA 5.8 A) Curvas V vs I medidas en función de la temperatura para la muestra VNb para el segundo campo de *matching*. La temperatura inicial es 4.22 K y el paso entre curva y curva de 20 mK. El cambio de color indica la transición del estado líquido (rojo) al estado de vidrio (azul) de la red de vórtices. La línea discontinua es una ayuda visual para distinguir la parte óhmica de las isothermas medidas por encima de T_g . **B)** Curvas ρ vs J obtenidas a partir de las curvas de la figura (A). La temperatura final es 4.22 K y el paso entre curvas es 40 mK. Las curvas rojas corresponden al estado líquido de la red de vórtices mientras que las azules corresponden al estado de vidrio de vórtices. **C)** Análisis, según el criterio de Strachan [29], de las isothermas V vs I de la figura (A). El cambio de curvatura marca la temperatura de transición entre el líquido de vórtices (rojo) y el vidrio de vórtices (azul).

Una vez que se tiene bien definido el valor de T_g , se procede al colapso de las isothermas, con el fin de conocer los exponentes críticos de la red. La red transita al estado de vidrio de vórtices de forma suave y continua³⁰. Esto quiere decir que existe un intervalo de temperaturas en el cual van a convivir ambas fases³¹. La fase de vidrio comenzará a nuclear en pequeñas regiones cuyo volumen viene dado por ξ_{VG} , la longitud de correlación del vidrio de vórtices. Para $T > T_g$, conforme la temperatura descende el valor de ξ_{VG} aumenta gradualmente hasta divergir en T_g , por lo que se tiene que $\xi_{VG} \sim |T - T_g|^{-\nu}$, donde ν es el exponente crítico estático. Al aproximarse la temperatura a T_g la red también sufre una relajación dinámica, ya que su tiempo de relajación característico decrece según $\tau_{VG} \sim (\xi_{VG})^z$, donde z es el coeficiente crítico dinámico de la red. Las isothermas V vs I son tomadas

midiendo la caída de potencial asociada al campo eléctrico \vec{E} generado por los vórtices al inyectar en el sistema una densidad de corriente \vec{J} . Para poder encontrar la ley de escala correcta para estas curvas hay que encontrar el escalado adecuado para las variables experimentales de voltaje (campo eléctrico) e intensidad (densidad de corriente).

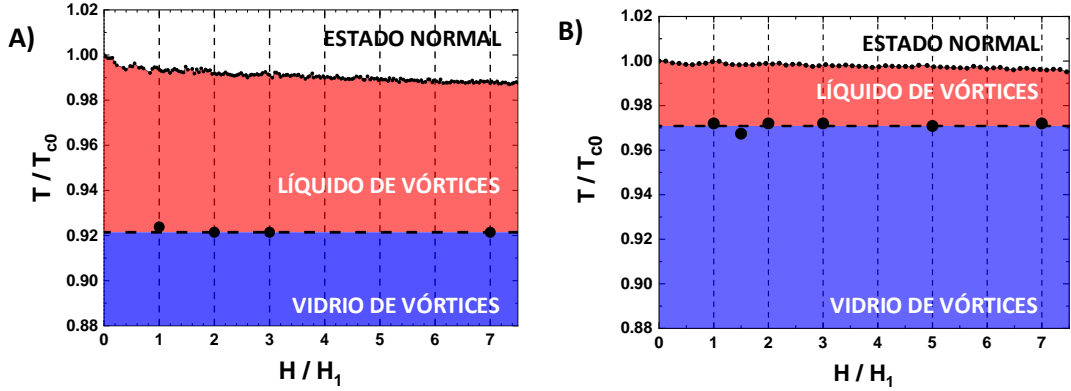


FIGURA 5.9 Mapa de fases correspondiente a la muestra VNb **(A)** y VCu **(B)**. Se obtiene una transición del estado líquido al estado de vidrio de vórtices a $T_g = 3.93$ K y $T_g = 4.25$ K, respectivamente.

Como el potencial vector \vec{A} varía como el inverso de la distancia, el campo eléctrico $\vec{E} \sim \partial \vec{A} / \partial t$ cambia como $1/\xi_{VG} \tau_{VG}$, por lo que se tiene que un escalado apropiado para el campo eléctrico sería $\vec{E}(\xi_{VG})^{z+1}$. Por otro lado, la densidad de corriente es $\vec{J} \sim \partial f / \partial \vec{A}$, donde f es la energía libre del sistema, que escala como $1/(\xi_{VG})^D$, donde D es la dimensionalidad de la red. Un escalado adecuado para la densidad de corriente será $\vec{J}(\xi_{VG})^{D-1}$. Por último, la resistividad viene dada por $\rho = E/J$, por lo que un buen escalado para ella será $\rho [1 - T/T_g]^{-v(z+2-D)}$.

Asumiendo un escalado isotrópico, en el que los exponentes críticos no dependen de la dirección, debería ocurrir que las curvas experimentales V vs I colapsen a dos curvas universales en función de si la curva ha sido medida en el estado de líquido de vórtices o en el estado de vidrio de vórtices. Es decir, escogiendo el escalado apropiado, las curvas deberían seguir una ley de escala tal que:

$$\rho \left(1 - \frac{T}{T_g}\right)^{-v(z+2-D)} = \chi_{\pm} \left[\frac{J}{T} \left(1 - \frac{T}{T_g}\right)^{-v(D-1)} \right]$$

Donde χ_{\pm} son dos funciones, a priori desconocidas, una para isoterms por encima de T_g y la otra para isoterms por debajo de T_g . En la figura 5.10 se tiene el colapso de las isoterms V vs I medidas en la muestra VNb para el segundo campo de *matching*.

El colapso de las isothermas ha sido realizado mediante un *script* de Matlab que calcula el colapso para un intervalo de v , z y D para una T_g dada por el criterio de Strachan. El *script* devuelve los datos y una imagen de cada colapso. Mediante inspección visual de todos los colapsos se decide cuál es el mejor.

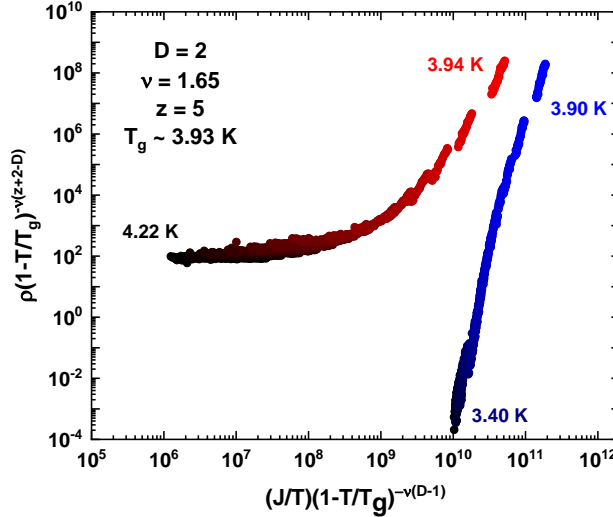


FIGURA 5.10 Colapso de las isothermas V vs I para el campo H_2 tomadas en la muestra VNb. Todas las curvas medidas por encima de T_g colapsan a una única curva, en rojo, mientras que todas las curvas medidas por debajo de T_g colapsan también en una única curva, en azul.

Como se ha visto, para bajas densidades de corriente se tiene que $\rho \sim (T - T_g)^s$, con $s = v(2 - z - D)$. Por tanto, la magnitud $[d(\ln \rho)/dT]^{-1}$ debe tender linealmente a cero a medida que T se aproxima a T_g ; es decir:

$$\left[\frac{d(\ln \rho)}{dT} \right]^{-1} = \frac{1}{s} (T - T_g)$$

Es posible validar, mediante un método independiente, la T_g y el parámetro s obtenidos en el análisis anterior. En la figura 5.11 se tiene esta magnitud representada frente a la temperatura. Efectivamente, los valores de T_g y s arrojados por el colapso son compatibles con los datos obtenidos a partir de la medida R vs T en el segundo campo de *matching*. Los coeficientes críticos obtenidos mediante el colapso están en buen acuerdo con los obtenidos mediante el ajuste de los datos obtenidos a través de la medida R vs T .

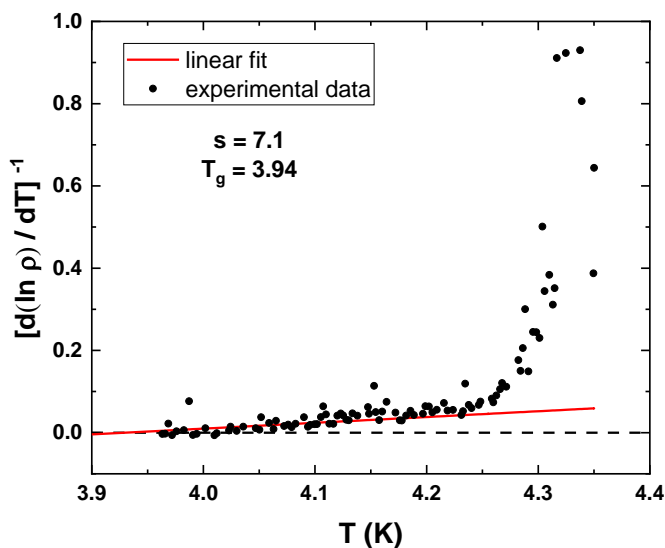


FIGURA 5.11 Variación de $D = [d(\ln \rho)/dT]^{-1}$ con la temperatura para la muestra VNb en H_2 . La magnitud D tiende a cero de forma lineal a medida que T se aproxima a T_g .

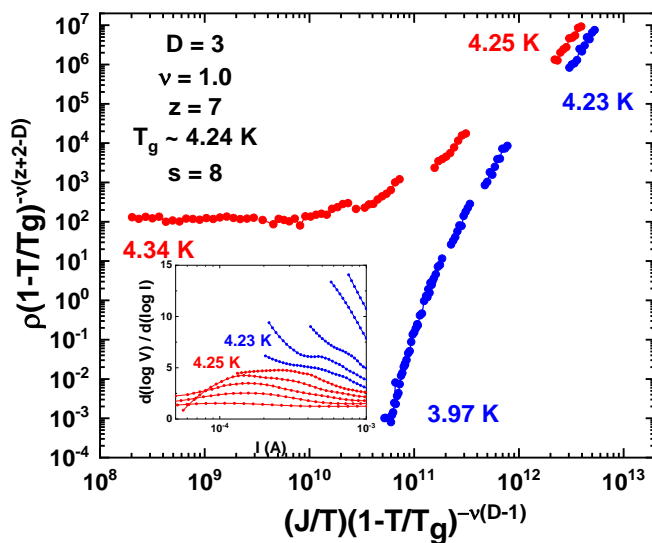


FIGURA 5.12 Colapso de las isotermas V vs I para el campo H_2 tomadas en la muestra VCu. En rojo se tienen las isotermas medidas en el estado líquido de la red y en azul se tienen las isotermas medidas en el estado de vidrio de vórtices. En el *inset* se muestra el análisis del cambio de concavidad según el criterio de Strachan.

La figura 5.12 muestra el colapso de las isothermas V vs I medidas en H_2 para la muestra VCu. Los valores de v , z y D para la muestra VCu están en buen acuerdo con los reportados en los trabajos de Villegas *et al.*²⁸ y J. del Valle *et al.*³² en muestra con redes de *dots* de Ni y Cu respectivamente. No ocurre lo mismo para los coeficientes críticos que se obtienen de los colapsos para la muestra VNb. Destaca sobre todo la diferencia en la dimensionalidad de la transición. Mientras que en la muestra VCu la transición tiene una dimensión efectiva $D = 3$, la dimensionalidad efectiva de la transición para la muestra VNb es $D = 2$.

Este cambio en la dimensionalidad efectiva de la transición en la muestra VNb se debe a la superconductividad de los triángulos; esto se debe al hecho de que el anclaje por *caging* domina la dinámica de vórtices. En muestras con defectos artificiales no superconductores se tiene un anclaje que ocurre en la intercara entre el superconductor y los defectos artificiales. El potencial de *pinning* es dependiente en la dimensión z . En cambio, el anclaje por *caging* de la muestra VNb ocurre a lo largo de todo el eje z , ya que se debe a la repulsión mutua de los vórtices entre sí y a la repulsión con los triángulos superconductores. Por tanto, se puede considerar este tipo de anclaje independiente de z ³³, lo cual hace que la dimensión efectiva para la transición sea $D = 2$.

Como se ha comentado antes, la baja corriente crítica que presentan los vórtices debido al potencial de *antipinning* introducido por los triángulos superconductores (figura 5.6(B)), hace posible realizar medidas de transporte a temperaturas mucho más alejadas de T_{c0} que en la muestra VCu. Al descender la temperatura en la muestra VNb, la longitud de coherencia del V $\xi_v(T)$ es cada vez más parecida a la longitud de coherencia del Nb $\xi_{Nb}(T)$, ya que ambos materiales tienen una $\xi(0)$ muy similar. Esta situación se muestra en la figura 5.13(A), en la que se puede ver como las curvas $\xi_{Nb}(T)$, en azul, y $\xi_v(T)$, en rojo, tienden a un valor muy similar para temperaturas bajas. La curva $\xi_{Nb}(T)$ ha sido obtenida, siguiendo el proceso descrito en el capítulo 3, a partir las medidas de campo crítico en una lámina delgada de 40 nm de Nb crecida a la vez que los triángulos superconductores de la muestra VNb. La curva $\xi_v(T)$, obtenida de nuevo por el mismo procedimiento, corresponde a la longitud coherente de una lámina delgada 100 nm de V crecida a la vez que la lámina delgada que cubre los triángulos superconductores. Esto significa que, según descende la temperatura, el V que rodea los triángulos superconductores tiene longitudes características cada vez más similares a las del Nb del que están fabricados.

La figura 5.13(B) muestra tres curvas R vs H medidas en la muestra VNb a tres temperaturas distintas: $0.986T_{c0}$, $0.91T_{c0}$ y $0.81T_{c0}$. Según descende la temperatura la estructura de mínimos debida al efecto de conmensurabilidad desaparece, dejando paso a una serie de oscilaciones en resistencia. La figura 5.13(C) muestra las curvas V_{DC} vs I_{AC} medidas en la muestra VNb a distintas temperaturas, cada vez más alejadas de T_{c0} . Al contrario que lo reportado en la literatura, el efecto *ratchet* en la muestra VNb desaparece a medida que baja la temperatura^{34,35}. Estos dos comportamientos indican que el potencial de *antipinning* creado por los triángulos se difumina conforme descende la temperatura, debido precisamente al hecho de que las longitudes características de ambos superconductores se igualan.

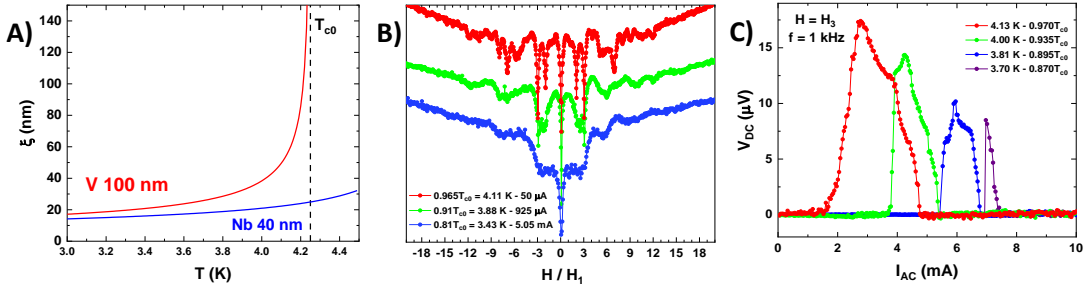


FIGURA 5.13 A) Curvas ξ vs T para una lámina delgada de 40 nm de Nb (azul) con una $T_{c0} = 4.85$ K y para una lámina delgada de 100 nm de V con una $T_{c0} = 4.25$ K. **B)** Curvas R vs H tomadas a distintas temperaturas y corrientes. Se observa una pérdida progresiva del efecto de conmensurabilidad. **C)** Curvas V_{DC} vs I_{AC} medidas a varias temperaturas. El efecto *ratchet* va desapareciendo conforme desciende la temperatura.

5.5 COMPORTAMIENTO HISTERÉTICO DE LA RED DE VÓRTICES EN PRESENCIA DE NANOESTRUCTURAS SUPERCONDUCTORAS

El descenso de la temperatura del sistema lejos de T_{c0} revela otra característica de las curvas R vs H aún más interesante. Como muestra el panel de la figura 5.14, a medida que desciende la temperatura y desaparece el efecto de conmensurabilidad se revelan oscilaciones histeréticas en las curvas de magnetorresistencia. En cada gráfica, la diferencia entre una curva y otra está en el sentido del cambio del campo magnético durante la medida; es decir, en rojo se muestran las curvas obtenidas con un paso creciente del campo magnético, mientras que los datos obtenidos con un paso decreciente han sido representados en azul. Por tanto, aumentar el campo (paso creciente) da lugar a estados igual o más resistivos que disminuir el campo (paso decreciente). Estos resultados muestran que no es lo mismo introducir vórtices que retirar vórtices de la red, lo cual está relacionado con el hecho de que los triángulos han perdido eficiencia para expulsar los vórtices. Debido a que las longitudes características de ambos conductores son ahora similares, cuando se acumulan suficientes vórtices en las zonas intersticiales la energía de repulsión entre vórtices E_{vv} es lo suficientemente grande como para que nuclear el siguiente vórtice en el triángulo sea favorable para el sistema. En concreto, todas las curvas R vs H presentan histéresis por encima del tercer campo de *matching*, lo que indica que es a partir de H_3 cuando los vórtices comienzan a posicionarse también dentro de los triángulos. Sin embargo, esto no es suficiente para explicar las oscilaciones histeréticas en las curvas R vs H .

Las oscilaciones histeréticas se deben a que los triángulos superconductores presentan cierta resistencia a la entrada o expulsión de flujo: las barreras de Bean – Livingston³⁶. Estas barreras, también llamadas barreras de superficie, se encuentran siempre presentes en superconductores de tamaño finito. Cobran gran importancia cuando se reducen las dimensiones de un superconductor hasta tamaños mesoscópicos, como es el caso de los triángulos de Nb encerrados bajo la lámina de V, conduciendo a comportamientos histeréticos^{37–39}.

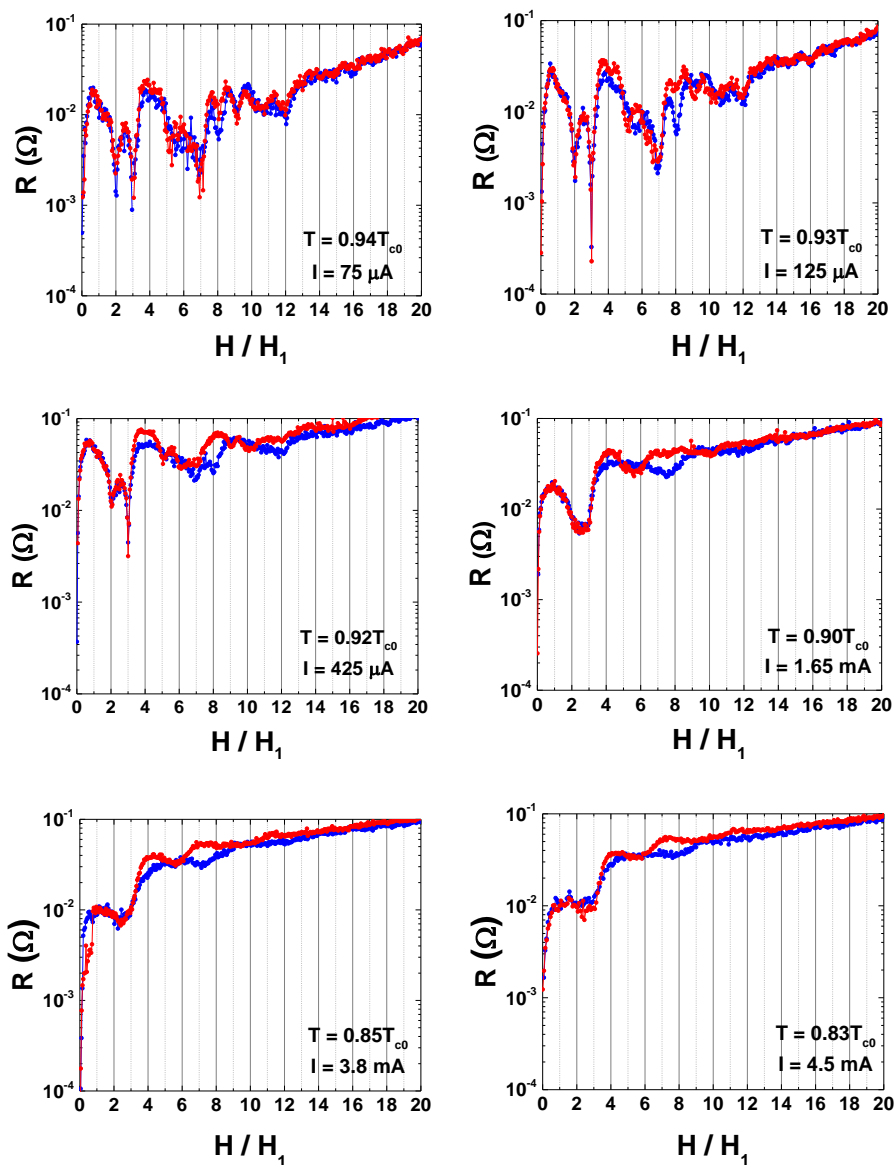


FIGURA 5.14 Curvas R vs H tomadas a distintas temperaturas cada vez más lejos de T_{c0} . A medida que desciende la temperatura desaparece el efecto de conmensurabilidad y aparecen las oscilaciones histeréticas.

Cuando se aplica un campo paralelo a la superficie de un superconductor, aparecen fuerzas repulsivas y atractivas que modifican la energía de línea ϵ_ℓ de los vórtices cercanos a la superficie. De acuerdo con este modelo, la barrera de superficie tiene su origen en la competición entre la atracción del vórtice hacia la pared del superconductor, debido a su vórtice imagen al otro lado de la pared, y la repulsión del vórtice hacia el interior del superconductor, debido a las corrientes de apantallamiento en la superficie³⁶.

Estas barreras controlan la entrada y la salida de los vórtices en superconductores de tamaño mesoscópico, en los cuales el tamaño del superconductor es comparable a la longitud de coherencia ξ y a la longitud de penetración λ . El estudio de este tipo de superconductores con dimensiones reducidas ha sido intenso, tanto desde el punto de vista teórico^{39–42} como del experimental^{37,43–45}. El parámetro L se define como la vorticidad de las estructuras superconductoras mesoscópicas; es decir, el número entero de veces que la fase superconductora varía una cantidad 2π . Dicho en otras palabras, L es el número de vórtices que hay en el interior de la estructura. La barrera de superficie es la energía que hay que saltar para que el superconductor pase del estado L al estado $L + 1$ o del estado $L + 1$ al estado L , añadiendo o quitando un vórtice en su interior.

Debido a estas barreras, cuando el campo perpendicular aumenta es necesario aplicar más campo del necesario para nuclear un vórtice; para pasar del estado L al estado $L + 1$. En la figura 5.15(A) se muestran una serie de medidas de magnetización frente a campo realizadas mediante magnetometría Hall en un disco de Al de $1.5 \mu\text{m}$ de diámetro, cada una para una vorticidad L distinta⁴⁶. El campo magnético está aplicado a lo largo de la dirección perpendicular a la superficie del disco y la temperatura es constante. Cuando se hace un barrido continuo, incrementando o disminuyendo el campo, la magnetización evoluciona a lo largo de cada una de las curvas individuales. Cuando el campo alcanza el final de una curva hay un salto brusco a la siguiente. Es fácil ver que, si se sigue un ciclo en el que se incrementa y luego se reduce el campo, la magnetización sigue caminos diferentes a lo largo de las curvas. Estos dos caminos diferentes para la magnetización se pueden ver en el *inset* de la figura 5.15(A). Esto se debe a que, cuando $L < 6$, para un mismo valor de campo existen (al menos) dos vorticidades posibles. Solo una de estas dos configuraciones, la que posee una magnetización más negativa, es termodinámicamente estable^{37,39}. Sin embargo, la otra configuración es metaestable, siendo posible observarla gracias a la presencia de las barreras Bean – Livingston en la superficie del superconductor⁴⁵.

A la luz de estos resultados en superconductores mesoscópicos, en la figura 5.15(B) se ha realizado un análisis similar de los datos R vs H obtenidos en la muestra VNb para un barrido en campo ascendente (rojo) y otro descendente (azul). Cuando aumenta el campo desde cero, la vorticidad inicial del triángulo es $L = 0$. No es hasta que el valor del campo ha sobrepasado el tercer campo de *matching* cuando resulta energéticamente favorable introducir un vórtice en el triángulo. Sin embargo, la resistencia del triángulo a aceptar un vórtice impide que este penetre en él. No es hasta un valor de campo entre H_5 y H_6 cuando el triángulo acepta el primer vórtice, venciendo la barrera de superficie. La vorticidad del triángulo pasa a ser $L = 1$. De nuevo, a medida que continúa

aumentando el campo, el triángulo presenta resistencia a aceptar el segundo vórtice. Eventualmente, para un valor de campo entre H_9 y H_{10} , acaba siendo energéticamente favorable la penetración del segundo vórtice, pasando su vorticidad a ser $L = 2$.

En la rama azul de la curva, que correspondiente a campos decrecientes, el triángulo presenta resistencia a perder vorticidad. Esto implica que, para un mismo campo, la curva de campo azul siempre presentará menor resistencia que la curva roja, ya que por lo general hay un vórtice por triángulo menos moviéndose en el V. Los campos para los cuales las dos curvas coinciden son aquellos en los que hay un cambio de vorticidad en el triángulo.

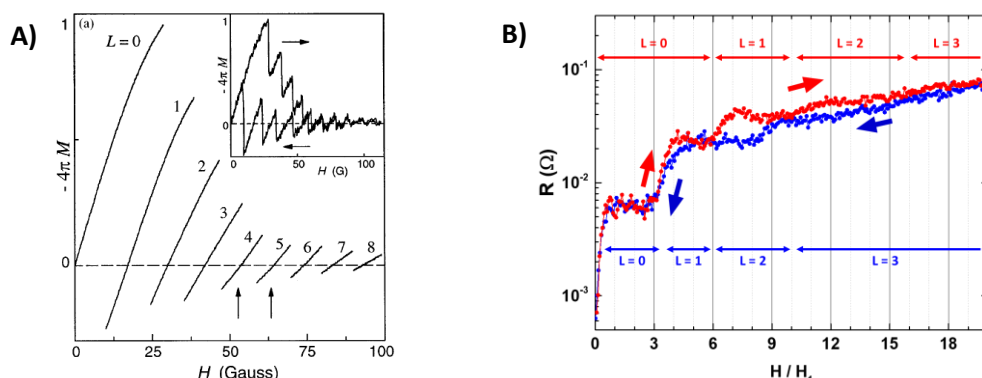


FIGURA 5.15 A) Curvas de magnetización individuales para cada una de las vorticidades (L) posibles de un disco de Al de $2.5 \mu\text{m}$ de diámetro. El *inset* muestra la respuesta de la magnetización del disco ante un barrido continuo de campo magnético. Imagen adaptada de la referencia [46]. **B)** Curvas R vs H medidas en la muestra VNb medida a 3.43 K ($0.80T_{c0}$) con una corriente de medida de 5 mA aplicando campo creciente (rojo) y después campo decreciente (azul). L es la vorticidad de los triángulos. En rojo se tiene la evolución de L para barridos ascendentes en campo y en azul la evolución de L para barridos descendentes. Las flechas son una ayuda visual para seguir las curvas. Añadir vórtices siempre conduce a estados igual o más resistivos que retirar vórtices.

5.6 VARIACIÓN DEL POTENCIAL DE ANTIPINNING CON EL ÁNGULO

En la sección anterior del capítulo se han visto tres características del sistema que solo se revelan conforme la temperatura se aleja de T_{c0} . La desaparición del efecto de conmensurabilidad, la pérdida de asimetría en el potencial creado por los triángulos y el comportamiento histerético en las medidas de magnetorresistencia, son consecuencia de la interacción entre los dos superconductores. Estos fenómenos emergen de la variación relativa entre las características superconductoras de los dos superconductores con la temperatura.

Otra estrategia para estudiar la interacción entre estos dos superconductores consiste en aprovechar el hecho de que responden de forma diferente al campo magnético aplicado, ya que tienen distintos campos críticos. Con esta idea en mente, se han realizado medidas de transporte aplicando el campo

magnético fuera de la dirección normal a la superficie de la muestra, aplicado formando un ángulo θ con dicha dirección. La figura 5.16(A) muestra un esquema esta configuración de medida en la que la corriente está alineada con el eje de rotación del campo, por lo que campo magnético es perpendicular a la corriente. Por tanto, todas las medidas se han realizado en una configuración de fuerza de Lorentz constante.

Aplicar un campo magnético orientado fuera de la dirección normal a la muestra implica una componente del campo no nula paralela al plano de la muestra (H_{\parallel}). Manteniendo constante el módulo del campo aplicado ($|H|^2 = (H_{\parallel})^2 + (H_{\perp})^2 = \text{constante}$), cuanto mayor es el ángulo de rotación, mayor es la componente paralela al plano de la muestra y menor la componente perpendicular (H_{\perp}), por lo que desciende el número de vórtices en la muestra. Únicamente la componente H_{\perp} contribuye a generar vórtices. Por tanto, conforme aumenta el ángulo es necesario aplicar cada vez más campo para alcanzar el primer mínimo. En otras palabras, el equiespaciado H_m de los mínimos aumenta con el ángulo³:

$$H_m(\theta) = \frac{H_m(0)}{\cos \theta} ; \quad \theta \uparrow \Rightarrow H_{\perp} \downarrow$$

La figura 5.16(B) muestra curvas R vs H medidas en la muestra VNb para ángulos cada vez mayores. El asterisco indica la posición del primer mínimo en cada curva, el cual aparece a campos cada vez mayores debido al aumento del equiespaciado H_m con el ángulo. En la figura 5.16(C) se muestra que la dependencia lineal del equiespaciado H_m de cada una de las curvas con la inversa del coseno del ángulo, con una pendiente igual a $H_m(0)$. Por tanto, la variación de H_m con el ángulo se comporta según lo esperado para todos los ángulos.

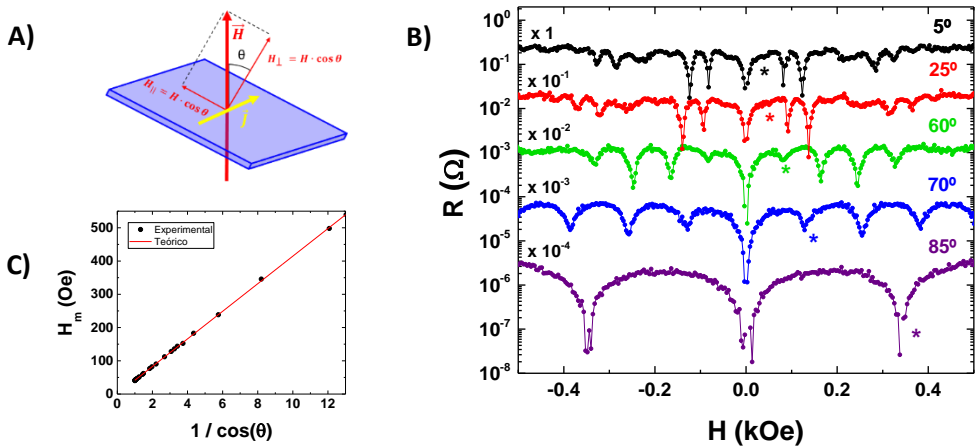


FIGURA 5.16 A) Esquema de la configuración experimental para las medidas en función del ángulo. **B)** Curvas R vs H medidas en la muestra VNb a distintos ángulos entre el campo aplicado y la dirección normal a la muestra. La temperatura y la corriente se han mantenido constantes a 4.17 K y 50 μ A respectivamente. **C)** Valor del campo de *matching* H_m frente a $1/\cos \theta$.

Sin embargo, a altos ángulos, cuando el campo aplicado se encuentra principalmente en el plano de la muestra, reaparece el primer mínimo. Por encima de cierto ángulo $\theta_c \sim 70^\circ$ se recupera la estructura de mínimos correspondiente a un efecto de conmensurabilidad habitual. Puesto que la temperatura y la corriente se han mantenido constantes, es la intensidad de H_{\parallel} lo que conduce a que se recupere la estructura de mínimos habitual. Esto se debe a que, al aplicar campo paralelo, deja de ser energéticamente favorable nuclear los vórtices en las zonas intersticiales, pasando a situarse sobre los triángulos de Nb. El potencial de *antipinning* creado por los triángulos desaparece, dejando paso a un potencial de *pinning* como el que generan los triángulos de Cu en la muestra VCu.

Las figuras 5.17(A), 5.17(B) y 5.17(C) muestran la desaparición de la histéresis en las curvas R vs H a 3.43 K a medida que aumenta el valor de θ . Cuando $\theta > \theta_c$ no hay histéresis, debido precisamente a que los vórtices pueden nuclear sobre los triángulos desde el principio y a que las barreras de superficie dejan de jugar un papel relevante en la física del sistema. A ángulos altos no hay diferencia entre añadir o quitar vórtices de la red.

Por tanto, cuando $\theta > \theta_c$ hay un cambio radical en la dinámica de la red de vórtices, el cual también se ve reflejado en los coeficientes críticos de la transición de líquido – vidrio. La figura 5.18(A) muestra un colapso de las isothermas V vs I medidas en el tercer campo de *matching* para un ángulo $\theta < \theta_c$. La dimensionalidad efectiva de la transición es $D = 2$. En cambio, cuando el ángulo aumenta por encima de θ_c ocurre un cambio en la dimensionalidad efectiva de la transición, que pasa a ser $D = 3$, como se puede ver en la figura 5.19(B). También se aprecia un cambio en los coeficientes críticos: mientras que para ángulos $\theta < \theta_c$ se tiene $\nu \sim 1.6 - 1.8$ y $z \sim 2.5$, los coeficientes críticos para ángulos altos pasan a ser $\nu \sim 1.0$ y $z \sim 7.0$, los mismos que para la muestra VCu con $\theta = 0^\circ$.

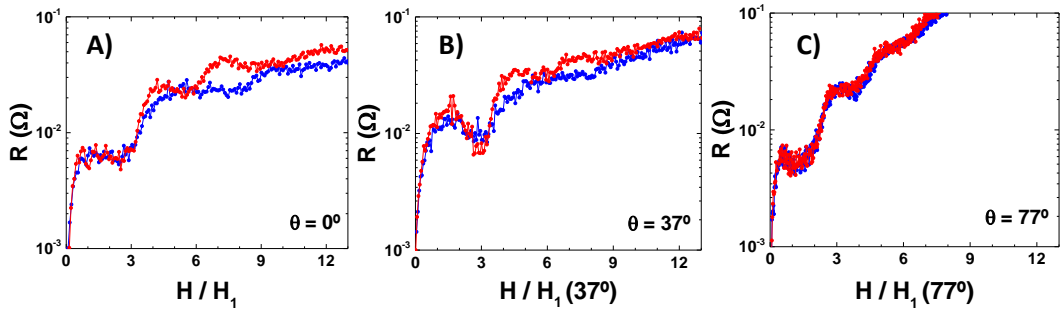


FIGURA 5.17 Curvas R vs H tomadas a 3.43 K y con una corriente de medida de 5.05 mA para los ángulos: **A)** 0° , **B)** 37° , **C)** 77° . El comportamiento irreversible desaparece cuando el ángulo entre el campo y la dirección normal a la muestra es mayor que θ_c . El eje horizontal de todas las curvas ha sido normalizado al primer campo de *matching* del ángulo correspondiente.

La reaparición del primer mínimo en las curvas R vs H medidas cerca de T_{c0} , la desaparición de la histéresis en las curvas R vs H medidas a baja temperatura y el cambio abrupto en los coeficientes críticos de la transición líquido – vidrio de la red de vórtices, implican la desaparición del potencial de *antipinning* creado por los triángulos. Esto se debe al campo paralelo aplicado, el cual modifica el estado superconductor de los triángulos, impidiendo que sean capaces de expulsar vórtices a las zonas intersticiales. Sin embargo, el hecho de que la T_g continúe estando tan alejada de la transición indica que los triángulos siguen influyendo en el diagrama de fases de la red de vórtices, por lo que, aunque ya no son capaces de generar un potencial de *antipinning*, siguen modificando las constantes elásticas de la red.

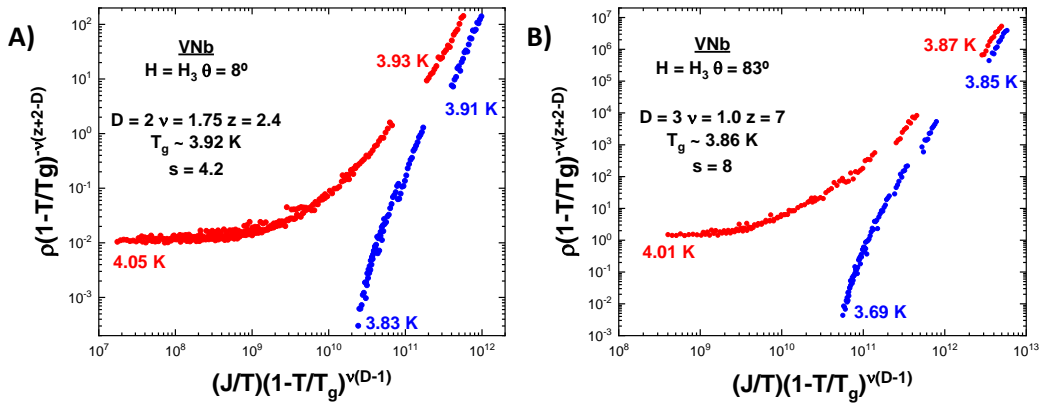


FIGURA 5.18 Colapsos de las isothermas V vs I medidas para el tercer campo de *matching* en la muestra VNb. La figura (A) corresponde a un ángulo $\theta = 8^\circ$, menor que θ_c . La figura (B) corresponde a ángulo $\theta = 83^\circ$, mayor que θ_c . En ambas gráficas, la rama roja corresponde al colapso de las isothermas medidas en la fase líquida de la red de vórtices, mientras que la rama azul corresponde a las isothermas medidas en la fase de vidrio de vórtices.

5.7 CONCLUSIONES

En este capítulo se ha estudiado un sistema en el que la red de vórtices en una lámina delgada de V interacciona con un *array* de triángulos superconductores de Nb. Las medidas tomadas en esta muestra han sido comparadas con las medidas tomadas en una muestra testigo que consiste en una lámina de V sobre un *array* de triángulos de Cu. Los puntos y las conclusiones principales de este capítulo son:

- Las curvas R vs H medidas a temperaturas cercanas a la T_{c0} no poseen una estructura de mínimos en la que no se observa el mínimo correspondiente al primer campo de *matching*. Este efecto de conmensurabilidad anómalo se debe al potencial de *antipinning* creado por los triángulos superconductores, el cual expulsa a los vórtices a las zonas intersticiales. En dichas zonas, el anclaje de vórtices se debe principalmente al *caging* producido por la combinación entre la fuerza repulsiva entre vórtices y por la fuerza repulsiva entre vórtices y los triángulos. El anclaje por *caging* es mucho más débil que el anclaje debido a defectos no superconductores, lo que se traduce en una I_c más baja que en la muestra con triángulos de Cu.
- Los triángulos superconductores produce un aumento de la fase líquida de la red de vórtices. Los coeficientes críticos y la dimensionalidad efectiva de la transición líquido – vidrio son completamente distintos en comparación con la muestra con de Cu.
- Para temperaturas más bajas las longitudes características de ambos superconductores se aproximan, por lo que los vórtices comienzan a entrar en los triángulos. Esto se deduce de la desaparición del efecto de conmensurabilidad en las curvas R vs H y de la desaparición del efecto *ratchet* en las curvas V_{DC} vs I_{AC} . Aparecen efectos histeréticos debidos a las barreras de Bean – Livingston, que controlan la entrada y salida de vórtices en los triángulos.
- El aumento del ángulo entre el campo magnético y la dirección normal a la muestra introduce cambios en la interacción entre la red de vórtices y los triángulos superconductores. Por encima de cierto ángulo, $\theta > \theta_c$, se recupera el efecto de conmensurabilidad normal y desaparece el comportamiento histerético. Además, los coeficientes críticos y de la dimensionalidad efectiva de la transición líquido – vidrio cambian drásticamente cuando $\theta > \theta_c$, pasando a ser iguales a los obtenidos en la muestra con triángulos de Cu. Por tanto, el campo magnético paralelo también afecta a la capacidad de los triángulos para expulsar vórtices.

Bibliografía

- [1] E. M. Gonzalez, N. O. Nunez, J. V. Anguita and J. L. Vicent, "Transverse rectification in superconducting thin films with arrays of asymmetric defects", *Appl. Phys. Lett.* **91**, 062505 (2007).
- [2] A. Hoffmann, P. Prieto and I. K. Schuller, "Periodic vortex pinning with magnetic and nonmagnetic dots: The influence of size", *Phys. Rev. B* **61**, 6958 (2000).
- [3] J. I. Martín, M. Vélez, J. Nogués and I. K. Schuller, "Flux pinning in a superconductor by an array of submicrometer magnetic dots", *Phys. Rev. Lett.* **79**, 1929 (1997).
- [4] A. Gomez, E. M. Gonzalez, M. Iglesias, N. Sanchez, F. J. Palomares, F. Cebollada, J. M. Gonzalez and J.L. Vicent, "A superconducting / magnetic hybrid rectifier based on Fe single-crystal nanocentres : Role of magnetic and geometric asymmetries", *J. Phys. D: Appl. Phys.* **46**, 095302 (2013).
- [5] M. Baert, V. V. Metlushko, R. Jonckheere, V. V. Moshchalkov and Y. Bruynseraede, "Composite flux-line lattices stabilized in superconducting films by a regular array of artificial defects", *Phys. Rev. Lett.* **74**, 3269 (1995).
- [6] S. Raedts, A. V. Silhanek, M. J. Van Bael and V. V. Moshchalkov, "Flux-pinning properties of superconducting films with arrays of blind holes", *Phys. Rev. B* **70**, 024509 (2004).
- [7] A. Bezryadin and Y. N. Ovchinnikov, "Nucleation of vortices inside open and blind microholes", *Phys. Rev. B* **53**, 8553 (1996).
- [8] G. R. Berdiyorov, V. R. Misko, M. V. Milosevic, W. Escoffier, I. V. Grigorieva and F. M. Peeters, "Pillars as antipinning centers in superconducting films", *Phys. Rev. B* **77**, 024526 (2008).
- [9] W. Gillijns, A. V. Silhanek and V. V. Moshchalkov, "Superconducting microrings as magnetic pinning centers", *Appl. Phys. Lett.* **91**, 202510 (2007).
- [10] S. J. Carreira, C. Chilotte, V. Bekeris, Y. J. Rosen, C. Monton and I. K. Schuller, "Superconducting heterostructures: From antipinning to pinning potentials", *Supercond. Sci. Technol.* **27**, 085007 (2014).
- [11] E. Navarro, C. Monton, J. Pereiro, A. C. Basaran and I. K. Schuller, "Enhancements of pinning by superconducting nanoarrays", *Phys. Rev. B* **92**, 144512 (2015).
- [12] J. E. Villegas, S. Savel'ev, F. Nori, E. M. Gonzalez, J. V. Anguita, R. Garcia and J. L. Vicent, "A Superconducting Reversible Rectifier That Controls the Motion of Magnetic Flux Quanta", *Science* **302**, 1188 (2003).
- [13] C. J. O. Reichhardt and C. Reichhardt, "Commensurability, jamming, and dynamics for vortices in funnel geometries", *Phys. Rev. B* **81**, 224516 (2010).

- [14] G. Karapetrov, V. Yefremenko, G. Mihajlovic, J. E. Pearson, M. Iavarone, V. Novosad and S. D. Bader, "Evidence of vortex jamming in Abrikosov vortex flux flow regime", *Phys. Rev. B* **86**, 054524 (2012).
- [15] M. L. Latimer, G. R. Berdiyorov, Z. L. Xiao, W. K. Kwok and F. M. Peeters, "Vortex interaction enhanced saturation number and caging effect in a superconducting film with a honeycomb array of nanoscale holes", *Phys. Rev. B* **85**, 012505 (2012).
- [16] A. I. Larkin and Y. N. Ovchinnikov, "Pinning in Type II Superconductors", *J. Low Temp. Phys.* **34**, 409 (1979).
- [17] E. M. Chudnovsky, "Hexatic vortex glass in disordered superconductors", *Phys. Rev. B* **40**, 11355 (1989).
- [18] M. P. A. Fisher, "Vortex-Glass Superconductivity: A Possible New Phase in Bulk High- T_c Oxides", *Phys. Rev. Lett.* **62**, 1415 (1989).
- [19] R. H. Koch, V. Foglietti, W. J. Gallagher, G. Koren, A. Gupta and M. P. A. Fisher, "Experimental Evidence for Vortex-Glass Superconductivity in Y-Ba-Cu-O", *Phys. Rev. Lett.* **63**, 1511 (1989).
- [20] H. F. Hess, R. B. Robinson, R. C. Dynes, J. M. Valles, Jr., and J. V. Waszczak, "Scanning-Tunneling-Microscope Observation of the Abrikosov Flux Lattice and the Density of States near and inside a Fluxoid", *Phys. Rev. Lett.* **62**, 214 (1989).
- [21] A. Volodin, K. Temst, C. Van Haesendonck, Y. Bruynseraede, M. I. Montero and I. K. Schuller, "Magnetic-force microscopy of vortices in thin niobium films: Correlation between the vortex distribution and the thickness-dependent film morphology", *Europhys. Lett.* **58**, 582 (2002).
- [22] E. Brézin, D. R. Nelson and A. Thiaville, "Fluctuation effects near H_{c2} in type-II superconductors", *Phys. Rev. B* **31**, 7124 (1985).
- [23] W. K. Kwok, J. Fendrich, U. Welp, S. Fleshler, J. Downey and G. W. Crabtree, "Suppression of the first order vortex melting transition by intrinsic pinning in $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ", *Phys. Rev. Lett.* **72**, 1088 (1994).
- [24] D. R. Nelson, "Vortex Entanglement in High- T_c Superconductors", *Phys. Rev. Lett.* **60**, 1973 (1988).
- [25] S. Okuma and N. Kokubo, "Universal critical scaling of dc and ac complex resistivities in an indium film near the vortex-glass transition", *Phys. Rev. B* **56**, 14138 (1997).
- [26] X. S. Ling, S. R. Park, B. A. McClain, S. M. Choi, D. C. Dender and J. W. Lynn, "Superheating and supercooling of vortex matter in a Nb single crystal: direct evidence for a phase transition at the peak effect from neutron diffraction", *Phys. Rev. Lett.* **86**, 712 (2001).
- [27] E. M. Forgan, S. J. Levett, P. G. Kealey, R. Cubitt, C. D. Dewhurst and D. Fort, "Intrinsic behavior of flux lines in pure niobium near the upper critical field", *Phys. Rev. Lett.* **88**, 167003 (2002).
- [28] J. E. Villegas, E. M. Gonzalez, Z. Sefrioui, J. Santamaria, and J. L. Vicent, "Vortex phases in superconducting Nb thin films with periodic pinning", *Phys. Rev. B* **72**, 174512 (2005).

- [29] D. R. Strachan, M. C. Sullivan, P. Fournier, S. P. Pai, T. Venkatesan and C. J. Lobb, "Do Superconductors Have Zero Resistance in a Magnetic Field?", *Phys. Rev. Lett.* **87**, 67007 (2001).
- [30] D. S. Fisher, M. P. A. Fisher and D. A. Huse, "Thermal fluctuations, quenched disorder, phase transitions and transport in type-II superconductors", *Phys. Rev. B* **43**, 130 (1991).
- [31] D. A. Huse and L. R. Radzihovsky, "Statistical Mechanics of Vortices in Type-II Superconductors" [arXiv:cond-mat/9310047]; M. H. Ernst and H. van Beijeren, "Fundamental Problems in Statistical Mechanics VIII", Elsevier Science (1994) pp 49 - 82
- [32] J. Del Valle, A. Gomez, E. M. Gonzalez, M. R. Osorio, F. Galvez, D. Granados and J. L. Vicent, "Experimental realization of smectic phase in vortex matter induced by symmetric potentials arranged in two-fold symmetry arrays", *New J. Phys.* **17**, 093022 (2015).
- [33] L. Radzihovsky, "Magnetization Relaxation via Quantum and Classical Vortex Motion in a Bose Glass Superconductor", *Phys. Rev. Lett.* **74**, 4919 (1995).
- [34] J. E. Villegas, E. M. Gonzalez, M. P. Gonzalez, J. V. Anguita and J. L. Vicent, "Experimental ratchet effect in superconducting films with periodic arrays of asymmetric potentials", *Phys. Rev. B* **71**, 024519 (2005).
- [35] L. Dinis, E. M. González, J. V. Anguita, J. M. Parrondo, and J. L. Vicent, "Current reversal in collective ratchets induced by lattice instability", *Phys. Rev. B* **76**, 212507 (2007).
- [36] C. P. Bean and J. D. Livingston, "Surface Barrier in Type-II Superconductors*", *Phys. Rev. Lett.* **12**, 14 (1954).
- [37] A. K. Geim, I. V. Grigorieva, S. V. Dubonos, J. G. S. Lok, J. C. Maan, A. E. Filippov and F. M. Peeters, "Phase transitions in individual sub-micrometre superconductors", *Nature* **390**, 259 (1997).
- [38] G. R. Berdiyrov, L. R. E. Cabral and F. M. Peeters, "Surface barrier for flux entry and exit in mesoscopic superconducting systems", *J. Math. Phys.* **46**, 095105 (2005).
- [39] V. A. Schweigert and F. M. Peeters, "Phase transitions in thin mesoscopic superconducting disks", *Phys. Rev. B* **57**, 13817 (1998).
- [40] E. Akkermans, D. M. Gangardt and K. Mallick, "Mesoscopic superconductors in the London limit: Equilibrium properties and metastability", *Phys. Rev. B* **63**, 064523 (2001).
- [41] A. I. Buzdin and J. P. Brison, "Vortex structures in small superconducting disks", *Phys. Lett. A* **196**, 267 (1994).
- [42] J. J. Palacios, "Vortex matter in superconducting mesoscopic disks: Structure, magnetization, and phase transitions", *Phys. Rev. B* **58**, 5948 (1998).
- [43] I. V. Grigorieva, W. Escoffier, J. Richardson, L. Y. Vinnikov, S. Dubonos and V. Oboznov, "Direct observation of vortex shells and magic numbers in mesoscopic superconducting disks", *Phys. Rev. Lett.* **96**, 077005 (2006).

- [44] A. Kanda, B. J. Baelus, F. M. Peeters, K. Kadowaki and Y. Ootuka, "Experimental Evidence for Giant Vortex States in a Mesoscopic Superconducting Disk", *Phys. Rev. Lett.* **93**, 257002 (2004).
- [45] A. K. Geim, S. V. Dubonos, J. G. S. Lok, M. Henini and J. C. Maan, "Paramagnetic Meissner effect in small superconductors", *Nature* **396**, 144 (1998).
- [46] A. K. Geim, S. V. Dubonos, J. J. Palacios, I. V. Grigorieva, M. Henini and J. J. Schermer, "Fine structure in magnetization of individual fluxoid states", *Phys. Rev. Lett.* **85**, 1528 (2000).

Conclusiones generales

A lo largo de esta tesis se ha estudiado la red de vórtices superconductores en interacción con potenciales de escala nanométrica que, debido a la naturaleza del material o de la geometría del defecto que los genera, pueden ser alterados mediante campos magnéticos o cambios en la temperatura. Estos cambios son completamente reversibles y modifican la dinámica de vórtices, dando lugar a los fenómenos discutidos en los capítulos anteriores: desaparición del efecto de conmensurabilidad, persistencia del efecto *ratchet* incluso en potenciales desordenados, aparición de un efecto de conmensurabilidad anómalo, modificación del mapa de fases de la red de vórtices u observación de comportamientos histeréticos. El trabajo de esta tesis ha comprendido la fabricación, la caracterización, la interpretación y discusión de los resultados en tres sistemas híbridos que consisten en una película delgada superconductora sobre varias nanoestructuras fabricadas con material magnético o con otro material superconductor. Los principales resultados de esta tesis son:

- En el **capítulo 3** la muestra estudiada es una lámina superconductora de Nb sobre un *array* rectangular de triángulos de NdCo₅, una aleación amorfa TR – MT que presenta wPMA. En este material, los dominios magnéticos se organizan en estructuras a bandas en las que el sentido de la imanación, alineado a lo largo de la dirección perpendicular al plano de la muestra, oscila periódicamente. Empleando la red de vórtices para sondear la distribución de los dominios magnéticos dentro de los triángulos cuando éstos se encuentran en remanencia fuera del plano, se ha observado la desaparición del efecto de conmensurabilidad para temperaturas por debajo de $0.985T_{c0}$, en las curvas R vs H y en las curvas I_c vs H. Mediante simulaciones micromagnéticas a baja temperatura empleando MuMax³, complementadas por medidas MFM a temperatura ambiente, se ha concluido que la distribución desordenada de los dominios magnéticos se impone al orden rectangular de los triángulos, dando lugar a la desaparición del efecto de conmensurabilidad. Esto ocurre cuando el núcleo de los vórtices, $2\xi(T)$, es lo suficientemente pequeño para interactuar con los dominios magnéticos individuales, que tienen un tamaño medio de en torno a 75 nm. También se ha estudiado la dinámica de vórtices en el estado *as – grown* de los triángulos, no observándose la desaparición del efecto de conmensurabilidad. En este caso, las simulaciones micromagnéticas dan lugar a estructuras de bandas concéntricas, las cuales mantienen el orden impuesto por la red de triángulos. Se ha observado también que, debido a cambios en las constantes magnéticas, el estado magnético de los triángulos vuelve siempre al estado *as – grown* cuando se eleva su temperatura hasta temperatura ambiente, por lo que es posible pasar del estado de dominios desordenados (remanencia fuera del plano) al estado de bandas concéntricas (*as – grown*) elevando la temperatura y del estado de bandas concéntricas al estado de dominios desordenados aplicando un campo magnético perpendicular de 3 T. Además, los cálculos realizados a partir de las simulaciones micromagnéticas muestran que la distribución del campo de fugas está demasiado localizada sobre los triángulos y no es lo suficientemente intensa en las zonas intersticiales como para generar pares vórtice – antivórtice, lo que se traduce en la ausencia de desplazamiento en campo en las curvas de magnetorresistencia.

- En el **capítulo 4** se ha estudiado una muestra que consiste en una lámina delgada superconductora de Nb sobre un sistema magnético frustrado de barras conexas de Co dispuestas en geometría de panal de abeja (*honeycomb*). En este sistema frustrado, denominado pseudo *spin – ice*, los momentos magnéticos en el plano de las barras de Co convergen en los vértices, dando lugar a una distribución hexagonal de cargas magnéticas en las que el campo de fugas tiene sentido positivo (hacia arriba) o negativo (hacia abajo) a lo largo de la dirección perpendicular al plano de la muestra. El sentido del campo de fugas viene determinado en función de si hay dos momentos magnéticos entrantes o dos magnéticos salientes, respectivamente, de los tres momentos que convergen en el mismo vértice. En el estado *as – grown* las cargas se encuentran en una distribución desordenada, de tipo Ice I. Sin embargo, es posible ordenar la red de cargas magnéticas, pasar al estado Ice II, aplicando un campo imanador de 1.5 T a lo largo de una de las tres direcciones fáciles, sobre las cuales se asientan las barras. En este estado ordenado, la red de cargas se organiza en una red hexagonal que es combinación de dos redes triangulares, cada una con las cargas magnéticas de una de las dos orientaciones posibles. También es posible volver a desordenar la red de cargas magnéticas aplicando un campo imanador de 7 T perpendicular a una de las tres direcciones fáciles, volviendo al estado Ice I. El estado en el que se encuentre la red de cargas magnéticas presenta una clara influencia sobre la dinámica de vórtices superconductores. En el estado Ice I, debido al desorden de la red de cargas magnéticas en el *spin – ice*, las curvas de R vs H no presentan estructura de mínimos, por lo que no hay efecto de conmensurabilidad. De nuevo, el desorden magnético se impone al orden estructural de la red *honeycomb* de barras de Co, impidiendo que la red de vórtices presente efectos de conmensurabilidad. Por otro lado, en el estado Ice II la red de cargas magnéticas se encuentra ordenada, lo que da lugar a la aparición del efecto de conmensurabilidad. En este caso, la red de vórtices adopta la geometría triangular de la red de cargas magnéticas de su mismo signo, por lo que las curvas R vs H presentan la estructura de mínimos característica del efecto de conmensurabilidad para una red triangular.

La estructura micromagnética del pseudo *spin – ice* de Co ha sido estudiada mediante simulaciones con MuMax³ y medidas de MFM. Debido a la presencia de dos defectos topológicos – 1/2 en cada hexágono, en cada vértice aparecen dos paredes de Néel cargadas, formando entre sí un ángulo de 60°. Estas paredes, que se orientan de forma aleatoria en el estado Ice I y a lo largo del eje fácil de imanación en el estado Ice II, tienen un perfil asimétrico que define un sentido fácil del movimiento para los vórtices. Por tanto, el pseudo *spin – ice* genera un potencial asimétrico que da lugar al efecto *ratchet* superconductor tanto en el estado Ice II, cuando hay efecto de conmensurabilidad, como en el estado Ice I, cuando las cargas magnéticas están desorientadas y las paredes de Néel orientadas de forma aleatoria. Las paredes de Néel proporcionan asimetrías locales incluso en el estado desordenado, por lo que en este sistema híbrido se tiene que el efecto *ratchet* se encuentra protegido topológicamente por la geometría hexagonal del pseudo *spin – ice*.

- En el **capítulo 5** se ha tratado la interacción en la nanoescala entre dos superconductores. La muestra estudiada, VNb, consiste en una lámina delgada de V sobre un *array* de triángulos de Nb, con una temperatura crítica superior a la de la lámina, por lo que genera un potencial de *antipinning* para los vórtices moviéndose en el V. Para contrastar los resultados se ha fabricado una muestra testigo, VCu, que consiste en una película delgada de V que cubre un *array* de triángulos de Cu. El potencial repulsivo creado por los triángulos superconductores expulsa los vórtices hacia los intersticios entre triángulos, dando lugar a la aparición de un efecto de conmensurabilidad anómalo en el cual los vórtices ralentizan su movimiento por *caging*. Las fuerzas repulsivas introducidas por los triángulos y las fuerzas de repulsión entre vórtices producen este efecto de *caging*, menos efectivo que el anclaje debido a depresiones locales en la superconductividad de la muestra VCu. Esto se ha comprobado con medidas I_c vs H , observándose un aumento de la corriente crítica con el número de vórtices por intersticio.

La introducción de fuerzas repulsivas adicionales debidas a aumentos locales en la superconductividad también afecta al diagrama de fases de la red de vórtices. Se ha observado un aumento significativo en la fase líquida de la red de vórtices en la muestra VNb con respecto a la muestra VCu. El criterio de Strachan ha permitido la construcción de un mapa de fases para ambas muestras, el cual muestra una expansión de la zona líquida desde $0.97T_{c0}$ en la muestra VCu a $0.92T_{c0}$ en la muestra VNb. Debido a que la transición líquido – vidrio de la red de vórtices es una transición de segundo orden, se ha realizado el colapso de las curvas V vs I para los distintos campos de *matching*, los cuales arrojan coeficientes críticos muy distintos entre ambas muestras. Mientras que los coeficientes críticos en la muestra VCu se encuentran en buen acuerdo con la literatura previa, los correspondientes a la muestra VNb indican un cambio drástico en la física de la red de vórtices.

El hecho de que la zona líquida sea tan amplia en la muestra VNb permite también realizar medidas a más baja temperatura que en la muestra VCu. El descenso de la temperatura revela un comportamiento histerético en la muestra VNb para campos mayores que el tercer campo de *matching*. La aparición de la histéresis en las curvas R vs H se debe a que el balance energético entre expulsar todos los vórtices hacia las zonas intersticiales o empezar a introducirlos en los triángulos cambia cuando la temperatura es lo suficiente baja y las longitudes coherentes $\xi(T)$ de ambos superconductores son similares. Introducir o retirar vórtices de los triángulos implica vencer barreras de superficie, las barreras de Bean – Linvingston, que en el caso de los triángulos cobran gran importancia debido a su naturaleza mesoscópica.

Por último, es posible modificar el potencial de *antipinning* cambiando el ángulo entre el campo aplicado y la muestra. Para ángulos mayores que cierto ángulo crítico se observa la recuperación del efecto de conmensurabilidad convencional y la pérdida del comportamiento histerético en las curvas R vs H , lo que implica que los vórtices ya no son expulsados hacia las zonas intersticiales. Introducir un campo magnético paralelo al plano de la muestra inhibe la capacidad de los triángulos para generar un potencial de *antipinning*.

Lista de publicaciones

1. Topologically protected superconducting ratchet effect generated by spin-ice nanomagnets

V. Rollano, A. Muñoz-Noval, A. Gomez, F. Valdes-Bango, J. I. Martin, M. Velez, M. R. Osorio, D. Granados, E. M. Gonzalez and J. L. Vicent
Nanotechnology **30**, 244003 (2019)

2. Magnetic order and disorder in nanomagnets probed by superconducting vortices

V. Rollano, J. del Valle, A. Gomez, M. Velez, L. M. Alvarez-Prado, C. Quiros, J. I. Martin, M. R. Osorio, D. Granados, E. M. Gonzalez and J. L. Vicent
Scientific Reports **8**, 12374 (2018)

3. Different approaches to generate matching effects using arrays in contact with superconducting films

J. del Valle, A. Gomez, J. Luis-Hita, V. Rollano, E. M. Gonzalez and J. L. Vicent
Superconductor Science and Technology **30**, 025014 (2017)